

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# **DIPLOMSKI RAD**

**Marko Jergovski**

Zagreb, 2017..

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# **DIPLOMSKI RAD**

Mentor:

Izv. prof. dr. sc. Darko Landek

Student:

Marko Jergovski

Zagreb, 2017.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se mentoru prof. dr. sc. Darku Landeku i asistentu Saši Kovačiću na stručnoj pomoći i podršci tijekom izrade diplomskog rada.

Hvala mojoj obitelji na strpljenju, pogotovo sestri Antoniji Jergovski te Borni Jalšenjaku na pomoći i motivaciji.

Marko Jergovski



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite  
Povjerenstvo za diplomske ispite studija strojarstva za smjerove:  
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo  
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur broj:	

## DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **Marko Jergovski**

Mat. br.: 0035143817

Naslov rada na  
hrvatskom jeziku:

**USPOREDBA SVOJSTAVA NITRIRANIH I PREVUČENIH RUČNIH  
ALATA ZA BRUŠENJE DRVETA**

Naslov rada na  
engleskom jeziku:

**COMPARISON OF THE PROPERTIES OF NITRIDED AND  
COATED HAND TOOLS FOR WOOD GRINDING**

Opis zadatka:

Alati za ručno brušenje drveta uobičajeno se izrađuju od nelegiranih ili niskolegiranih čelika, a potrebna eksploatacijska svojstva postižu toplinskom obradom. Kombinacija traženih svojstava ovih alata proizlazi iz radnih uvjeta i ekonomskih zahtjeva za sniženjem proizvodnih troškova.

U teorijskom dijelu rada treba opisati mehanizme trošenja ručnih alata za brušenje drveta te analizirati utjecajne čimbenike na otpornost na trošenje i eksploatacijski vijek alata.

U eksperimentalnom dijelu rada treba provesti postupke nitriranja u solnoj kupci i plazmi ioniziranih plinova, te postupke PACVD prevlačenja prevlakama TiN i TiCN na ispitnim uzorcima alata za ručno brušenje drveta. Na površinski modificiranim i prevučnim alatima ispitati debljinu nitridnog sloja, odnosno PACVD prevlake, gubitak mase nakon korozije u slanoj komori, te mikrotvrdoću i mikrostrukturu rubnog sloja. Na temelju rezultata ispitivanja preporučiti prikladan postupak kojim će se dodatno povećati otpornost na trošenje i otpornost na koroziju navedenih alata u odnosu na do sada korišteni postupak modificiranja površine nitriranjem u solnoj kupci.

Zadatak zadan:

17. studenog 2016.

Rok predaje rada:

19. siječnja 2017.

Predviđeni datum obrane:

25., 26. i 27. siječnja 2017.

Zadatak radio:

Iz: prof. dr. sc. Darko Landek

v. d. predsjednika Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Biserka Runje

## SADRŽAJ

SADRŽAJ .....	I
POPIS SLIKA .....	III
POPIS TABLICA.....	V
POPIS OZNAKA .....	VI
SAŽETAK.....	VII
SUMMARY .....	VIII
1. UVOD.....	1
TEORIJSKI DIO .....	2
2. OBRADIVOST DRVETA I TROŠENJE RUČNIH ALATA ZA OBRADU DRVETA ...	3
2.1. Obradivost drva rezanjem i brušenjem .....	3
2.2. Trošenje ručnih alata za obradu drveta .....	7
3. POSTUPCI TOPLINSKE OBRADU ALATA ZA OBRADU DRVETA .....	9
3.1. Nitiranje .....	9
3.1.1. Nitiranje u plinu.....	13
3.1.2. Nitrokarburiranje u solnoj kupki.....	14
3.1.3. Nitiranje u plazmi ioniziranih plinova.....	17
3.2. PACVD postupak.....	19
EKSPERIMENTALNI DIO.....	21
4. ISPITNI UZORCI I TOPLINSKA OBRADA UZORAKA.....	22
4.1. Ispitni uzorci i plan ispitivanja.....	22
4.2. Toplinska obrada uzoraka .....	24
5. ISPITIVANJE OTPORNOSTI NA KOROZIJU I SVOJSTAVA RUBNOG SLOJA .....	30
5.1. Ispitivanje otpornosti na koroziju u slanoj komori .....	30
5.2. Svojstva rubnog sloja .....	36
5.3. Mikrotvrdoća rubnog sloja.....	38
5.4. Mikro struktura rubnog sloja i debljina prevlaka.....	43
5.4.1. Debljina dobivenog nitiranog sloja.....	44
5.4.2. Debljina PACVD prevlaka.....	47
5.5. Diskusija rezultata.....	51
6. ZAKLJUČAK.....	52
LITERATURA.....	53

---

PRILOZI.....	54
--------------	----

## POPIS SLIKA

Slika 1. Shematski prikaz smjerova rezanja drva[1]: .....	3
Slika 2. Prikaz tipova strugotina[1]: .....	4
Slika 3. Shematski prikaz ortogonalnog rezanja [1] .....	5
Slika 4. Shematski prikaz međusobnog djelovanja oštrice alata, obratka i strugotine pri ortogonalnom rezanju[1] .....	6
Slika 5. Dijagram stanja Fe-N [3] .....	10
Slika 6. Pojava karakterističnih struktura ovisno o temperaturi nitiranja [3] .....	11
Slika 7. Shematski prikaz izgleda strukture nakon nitiranja čistog željeza [3] .....	11
Slika 8. Mikrostruktura nitiranog sloja nakon plazmatskog ili plinskog nitiranja[4].....	12
Slika 9. QPQ postupak [5].....	15
Slika 10. Ovisnost: a) debljine zone spojeva i b) dubine nitiranja u solnoj kupki Tenifer o trajanju postupka i vrsti čelika pri 580°C [5].....	16
Slika 11. Shematski prikaz površinskih procesa na katodi i anodi [3].....	17
Slika 12. Shematski prikaz PACVD uređaja [4] .....	19
Slika 13. Utjecaj a) temperature i b) tlaka na debljinu TiN sloja [3] .....	20
Slika 14. Peć za postupak <i>tenifer</i> “ <i>DURFERRIT–DEGUSSA GmbH</i> ” .....	24
Slika 15. Dijagram provedenog postupka nitrokarburiranja .....	25
Slika 16. Izgled ispitnog uzorka nakon postupka nitrokarburiranja u solnoj kupki Tenifer (uzorak 1) .....	25
Slika 17. Uređaj Rübig PC 70/90 .....	26
Slika 18. Šaržiranje pri postupku plazmatskog nitiranja .....	26
Slika 19. Izgled ispitnog uzorka nakon postupka plazmatskog nitiranja (uzorak 2) .....	27
Slika 20. Izgled ispitnog uzorka nakon postupka plazmatskog nitiranja i prevlačenja TiN (uzorak 3) .....	28
Slika 21. Izgled ispitnog uzorka nakon postupka plazmatskog nitiranja i prevlačenja TiN/TiCN (uzorak 4).....	29
Slika 22. a) Precizna i b) kontrolna vaga .....	30
Slika 23. Ispitni uzorci prije ispitivanja u slanoj komori u trajanju 24 h .....	31
Slika 24. Slana komora.....	32
Slika 25. Relativni gubitak mase ispitnih uzoraka nakon korozije 24 h u slanoj komori .....	33
Slika 26. Metalografski pripremljen uzorak.....	36
Slika 27. Mikrotvrdomjer <i>Instron Wilson Wolpert Tukon 2100b</i> .....	38

Slika 28. Ispitni uzorci i alat za utiskivanje uzoraka u plastelin .....	39
Slika 29. Mjesta ispitivanja tvrdoće u rubnom sloju (povećanje 500x) .....	40
Slika 30. Mjerenje dijagonale otiska .....	41
Slika 31. Izračunata tvrdoća na temelju dijagonale otiska .....	41
Slika 32. Mikrotvrdoća uzoraka .....	42
Slika 33. Svjetlosni mikroskop GX51 .....	43
Slika 34. Pozicije na kojima je promatrana mikrostruktura .....	43
Slika 35. Uzorak 1 obrađen u solnoj kupki pozicija 4, povećanje 200x .....	44
Slika 36. Uzorak obrađen u solnoj kupki pozicija 4, povećanje 500x, zona spojeva .....	45
Slika 37. Uzorak 2 obrađen u plazmatskim nitriranjem pozicija 5, povećanje 200x .....	46
Slika 38. Zona spojeva, uzorak 2 pozicija 5, povećanje 500x .....	46
Slika 39. Debljina prevlake uzorak 3, pozicija 5, povećanje 1000x .....	47
Slika 40. Uzorak 3, pozicija 5, povećanje 200x .....	48
Slika 41. Debljina prevlake na uzorku 4, pozicija 4 povećanje 1000x .....	49
Slika 42. Uzorak 4, pozicija 4, povećanje 200x .....	50



## POPIS TABLICA

Tablica 1. Utjecajni čimbenici na trošenje i vijek alata .....	8
Tablica 2. Kemijski sastav ispitnih uzoraka .....	23
Tablica 3. Postupci toplinske obrade ispitnih uzoraka .....	23
Tablica 4. Parametri <i>Tenifer</i> postupka .....	24
Tablica 5. Parametri plazmatskog nitriranja .....	27
Tablica 6. Parametri PACVD postupka prevlačenja TiN .....	28
Tablica 7. Parametri PACVD postupka TiN/TiCN .....	29
Tablica 8. Parametri ispitivanja u slanoj komori .....	31
Tablica 9. Gubitak mase ispitnih uzoraka roto-rašpe nakon korozije .....	32
Tablica 10. Izgled nitrokarburiranog i nitriranog uzoraka roto-rašpe prije i nakon ispitivanja u slanoj komori .....	34
Tablica 11. Izgled prevučenih uzoraka roto-rašpe prije i nakon ispitivanja u slanoj komori ..	35
Tablica 12. Parametri brušenja metalografskih uzoraka .....	37
Tablica 13. Parametri poliranja metalografskih uzoraka .....	37

**POPIS OZNAKA**

<b>Oznaka</b>	<b>Jedinica</b>	<b>Opis</b>
A	mm <sup>2</sup>	Površina baze otiska četverostrane piramide indentora
d	mm	Dijagonala baze otiska četverostrane piramide indentora
F	N	Sila utiskivanja

## **SAŽETAK**

U diplomskom radu su ispitani alati za ručnu obradu drva brušenjem. Rad se sastoji od teorijskog i eksperimentalnog dijela. U teorijskom dijelu su opisani postupci obrade, dok je u eksperimentalnom dijelu prikazano ispitivanje na uzorcima. Ispitana su četiri uzorka obrađena različitim toplinskim obradama. Ispitani uzorci obrađeni su metodama nitrokarburiranja u solnoj kupki, nitriranja u plazmi, te presvlačenja PACVD postupkom presvlakama titan nitrida (TiN) i titan karbon nitrida (TiCN). Na uzorcima su ispitani gubitak mase prilikom korozije, mikrotvrdoća te mikrostruktura i debljina nitriranog sloja i prevlaka. Na temelju rezultata ispitivanja, najbolja svojstva su postignuta kod ispitnih uzoraka nitrokarburiranih u solnoj kupki Tenifer te kod uzorka prevučenih PACVD postupkom TiN prevlakom.

Ključne riječi: alat, drvo, korozija, mikrotvrdoća, nitrokarburiranje, nitriranje, PACVD, TENIFER

## **SUMMARY**

In the graduate thesis properties of nitrided and coated hand tools for wood grinding were tested. The thesis is comprised out of two parts. In the first, theoretical, part methods of surface heat treatment are presented. The second, experimental, part deals with tests conducted on samples. Heat treatments used on hand tools were salt bath nitrocarburizing, plasma nitriding and PACVD coating with TiN and TiCN coats. The samples were tested for loss of mass due to corrosion, microhardness, microstructure, and nitride depth and coat thickness. According to the test results, best properties are reached with samples treated in nitrocarburizing salt bath Tenifer and with samples with PACVD TiN coating.

Key words: corrosion, microhardness, nitrocarburizing, nitriding, PACVD, TENIFER, tool, wood

## 1. UVOD

Ručni alati za obradu drveta uobičajeno se izrađuju od nelegiranih čelika, a po potrebi im se dodatno povećava otpornost na trošenje postupcima toplinske obrade. Drvo kao materijal obradka posjeduje specifična svojstva (anizotropnost, korozijski agresivi medij, prisutne organske tvari i dr.) koja utječu na obradivost. U radu se opisuju specifičnosti drveta pri brušenju i rezanju kod ručne obradu drveta i utjecajni čimbenici na otpornost na trošenje i eksploatacijski vijek ručnog alata.

Također će se opisati karakteristike i geometrije ispitivanog alata za ručnu obradu drveta, te metode i uređaji korišteni prilikom ispitivanja. Nadalje, opisan je postupak nitriranja i prevlačenja ispitivanog alata.

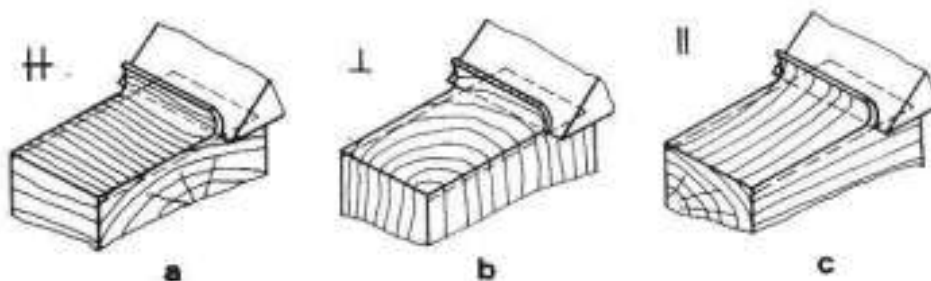
U eksperimentalnom dijelu rada ispitat će se svojstva nitriranih i prevučenih ručnih alata za brušenje drveta. Provedene analize važne su zbog optimizacije radnih uvjeta te ekonomskih zahtjeva za sniženjem proizvodnih troškova prilikom upotrebe alata. U skladu s time, a u svrhu povećanja eksploatacijskog vijeka i otpornosti alata na trošenje, kako pri brušenju, a tako i pri rezanju koristi se toplinska obrada materijala od kojeg je alat izrađen, te se prevlači specijalnim prevlakama. Vrsta specijalnih prevlaka koja se primjenjuje ovisi o radnim uvjetima i ekonomskim zahtjevima za sniženjem proizvodnih troškova. U radu je analiziran rezni alat za ručnu obradu drveta koji je modificiran postupcima nitriranja u solnoj kupki i plazmi ioniziranih plinova, te postupkom PACVD prevlačenja prevlakama TiN i TiCN.

# **TEORIJSKI DIO**

## 2. OBRADIVOST DRVETA I TROŠENJE RUČNIH ALATA ZA OBRADU DRVETA

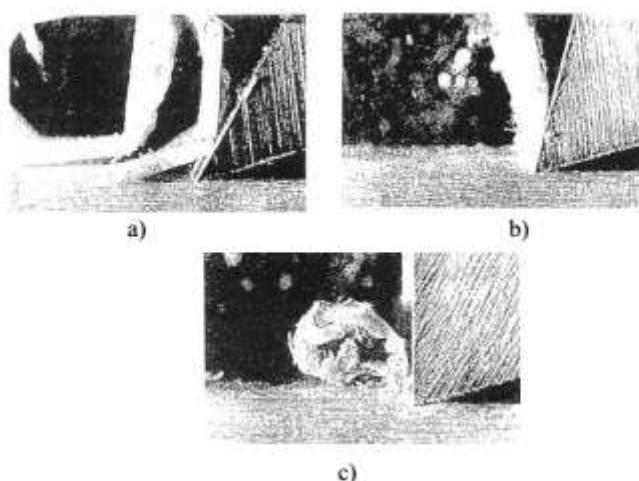
### 2.1. Obradivost drva rezanjem i brušenjem

Drvo je prirodni trodimenzionalni biopolimerni kompozit sastavljen od umreženih i međusobno povezanih lanaca celuloze i hemiceluloze te lignina. Mikroskopska svojstva drva mogu se iskoristiti za određivanje rodova i vrsta drveta. Makroskopska svojstva su ona vidljiva golim okom, a rezultat su unutrašnje građe drva. Drvo se sastoji od stanica većinom cjevastog oblika, zašiljenih na krajevima. Stanice tvore usmjerena drvena vlakna koja su međusobno povezana ligninom. Osnovna je građevna molekula stjenka stanica drvnih vlakna celuloza.[1] Drvo je anizotropni materijal(ima različita svojstva u različitim smjerovima). Pri rezanju masivnog drva razlikuju se tri osnovna smjera (slika 1): longitudinalni (uzdužni), radijalni (poprečni) i tangencijalni. S obzirom na oblik odvojene čestice pri rezanju strugotina može biti prekinuta, neprekinuta i lomljena (slika 2).



**Slika 1.** Shematski prikaz smjerova rezanja drva[1]:

a) tangencijalni, b) poprečni, c) longitudinalni



**Slika 2.** Prikaz tipova strugotina[1]:

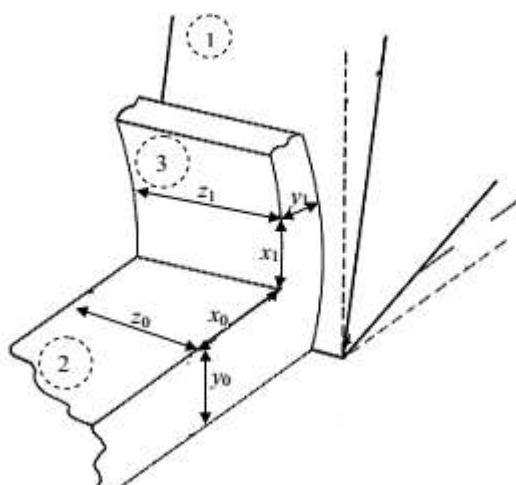
**a)** prekinuta (tip I), **b)** neprekinuta (tip II) i **c)** lomljena (tip III)

Brušenje je postupak obrade odvajanjem čestica pri čemu ulogu skidanja strugotine obavljaju brusna zrna. Trošenje brusnih ploča je uzrokovano trima mehanizmima:

- postepeno trošenje brusnog zrna
- lomljenje zrna
- prekid veziva i odvajanje cijelog brusnog zrna
- Osnovne karakteristike brušenja:
- brusna zrna nedefinirane geometrije oštrice za rezanje materijala
- sitna strugotina(mala veličina odvojene čestice)
- velike brzine rezanja
- male dubine rezanja

Iz navedenog se uočava da alat koji razmatramo ovom slučaju nema karakteristiku specifičnu za brušenje vezanu uz geometriju oštrice, odnosno ne postoje brusna zrna, te način trošenja alata ne odgovara trošenju alata kod brušenja. Razmatrani alat ima definiranu geometriju oštrice, te ga ne možemo promatrati kao brusni alat. Način djelovanja geometrije alata je sličan ortogonalnom rezanju. Proces ortogonalnog rezanja nastaje prodiranjem alata u obradak pri čemu je oštrica alata okomita na smjer (slika 3).

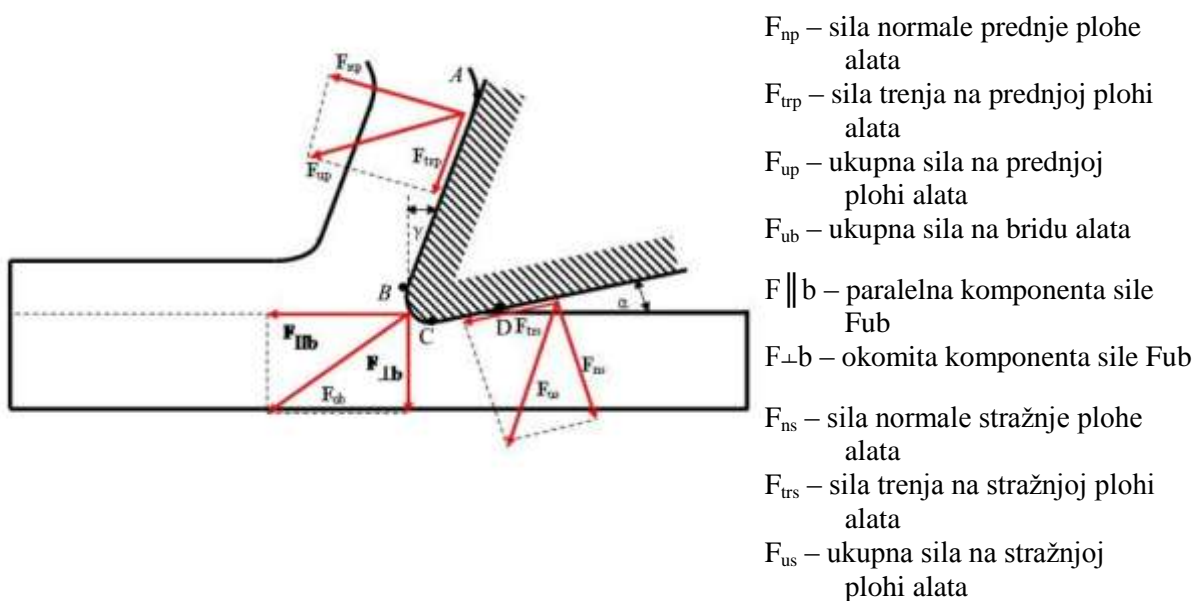




- 1 – alat
- 2 – obradak
- 3 – strugotina
- $x_0$  – duljina
- $y_0$  – visina neodrezane strugotine
- $z_0$  – širina neodrezane strugotine
- $x_1$  – duljina
- $y_1$  – visina odrezane strugotine
- $z_1$  – širina odrezane strugotine

**Slika 3.** Shematski prikaz ortogonalnog rezanja [1]

Prilikom rezanja u području ograničenom točkama *A* i *B* (slika 4) prednja strana oštrice alata stvara pritisak na strugotinu. Pritisak na strugotinu može se nadomjestiti jednom silom normale ( $\mathbf{F}_{np}$ ) čiji je smjer okomit od prednje površine alata. Strugotina se određenom brzinom giba po prednjoj površini alata, što uzrokuje silu trenja ( $\mathbf{F}_{tp}$ ). Vektorskim zbrojem tih dviju sila u postavljenoj lokalnom koordinatnom sustavu dobiva se rezultanta sila na prednjoj površini alata ( $\mathbf{F}_{up}$ ). U području ograničenom točkama *B* i *C* ukupni pritisak koji brid oštrice alata stvara na obradak u globalnom se koordinatnom sustavu može zamijeniti jednom silom ( $\mathbf{F}_{ub}$ ) određenog iznosa i smjera. U području ograničenome točkama *C* i *D* stražnja površina alata stvara pritisak na obradak. Ukupni pritisak na obradak može se zamijeniti jednom silom normale ( $\mathbf{F}_{ns}$ ) čiji je smjer okomit od stražnje površine alata. Zbog relativnog gibanja alata i obratka pojavljuje se i sila trenja ( $\mathbf{F}_{trs}$ ). Ukupna sila na stražnjoj površini alata dobije se kao vektorski zbroj sila  $\mathbf{F}_{ns}$  i  $\mathbf{F}_{trs}$  u lokalnom koordinatnom sustavu.



**Slika 4.** Shematski prikaz međusobnog djelovanja oštice alata, obratka i strugotine pri ortogonalnom rezanju[1]

Zbog specifične geometrije alata, različite oštice imaju različitu brzinu rezanja, ovisno o odaljenosti od središta ploče odnosno osi rotacije. Iz tog razloga nisu jednoliko opterećene, te se ne očekuje jednaka brzina trošenja.

## 2.2. Trošenje ručnih alata za obradu drveta

Mehanizmi trošenja nastaju kao posljedica opterećenja kojima je alat izložen tijekom eksploatacije. Najčešća opterećenja su mehanička, toplinska i kemijska. Procesi koji nastaju kao posljedica mehaničkih opterećenja jesu:

- abrazija
- adhezija
- Procesi koji nastaju kao posljedica kemijskog djelovanja alata i okoline jesu:
  - Kemijska korozija (oksidacija pri zagrijavanju na povišenim temperaturama)
  - Elektrokemijska korozija (djelovanjem vlage iz drveta)

Eksploatacijski vijek alata i njegovo trošenje ovise o više čimbenika. Jedan od najvažnijih čimbenika je definitivno materijal od kojeg je alat izrađen i način na koji je izrađen. S obzirom da se radi o ručnom alatu, način eksploatacije je raznolik i nije uvijek u potpunosti predvidljiv. Treba uzeti u obzir da uređaj koji se koristi u eksploataciji alata može varirati svojom kvalitetom te radnim karakteristikama. Ovisno o kvaliteti uređaja može dolaziti do jakih udara i vibracija prilikom upotrebe alata. Uređaji se također razlikuju po svojim karakteristikama kao što su broj okretaja i snaga. Veliku ulogu na vijek i trošenje alata ima i materijal obratka. S obzirom da se u ovom slučaju radi o drvetu, koje je anizotropni materijal, ne možemo očekivati karakteristične otpore, odnosno sile koje se suprotstavljaju alatu. Uz to treba uzeti u obzir i vrstu drveta, njegovu vlažnost, sadržaj smole, nečistoće i strana tijela koja se nalaze na obratku te kvalitetu drveta. Radni okoliš i uvjeti su također bitni za trajanje alata. Na njega mogu utjecati temperatura okruženja i temperatura samog alata i obratka, prisutnost prašine, pijeska, strugotine i raznih abraziva koji mogu iz okoliša doći u doticaj s alatom ili obratkom. Sve to ovisi o svrsi za koji se alat koristi. Tako se on može koristiti za skidanje kore, uklanjanje različitih premaza sa drveta, čišćenje dasaka od betona i raznih drugih nečistoća... Uz već navedeno veliki utjecaj na trajanje ima i operater odnosno čovjek koji koristi alat. Vrlo često se radi o amaterskim korisnicima koji se ovim alatom koriste u svojim hobijima i upitno je koliko je svaki od njih upućen u pravilno korištenje i održavanje alata. Korisnik rukama primjenjuje silu kojom alat pritišće na drvo, te mijenjanjem

kuta ručne brusilice različit broj zubi dolazi u zahvat s drvetom. Utjecajni čimbenici su prikazani u tablici 1.

**Tablica 1. Utjecajni čimbenici na trošenje i vijek alata**

<b>Čimbenici vezani uz alat</b>	Materijal korišten pri izradi Način oblikovanja alata Toplinska obrada alata Prevlaka alata Veličina oštrice alata
<b>Čimbenici vezani uz obradak</b>	Vrsta drva Količina vlage u drvu Smjer rezanja drva Strana tijela, čestice u obratku Količina smole u drvu Dio drveta koji se obrađuje
<b>Čimbenici vezani uz okoliš</b>	Temperatura okoliša Onečišćenja prisutna u okolišu
<b>Čimbenici vezani uz operatera i radni stroj</b>	Broj okretaja stroja Snaga stroja Vibracije Sila kojom se djeluje alatom na obradak Broj reznih oštrica u zahvatu

### 3. POSTUPCI TOPLINSKE OBRADBE ALATA ZA OBRADU DRVETA

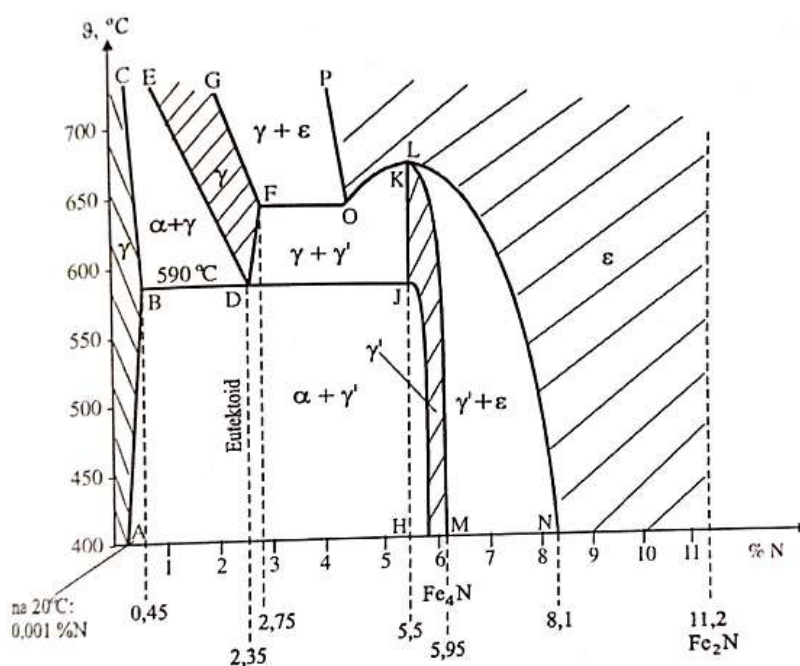
Danas se površinskoj obradi materijala pridaje sve veća važnost kako od strane proizvođača tako i od strane krajnjeg korisnika. „Značaj stanja površine materijala proizlazi i iz toga što površina ne samo da ograničava materijal nego je istodobno i u dodiru s okružujućom sredinom, odnosno medijem.“[2]. Prije je bilo uobičajeno trošenje materijala smanjiti promjenom, odnosno poboljšavanjem svojstava osnovnog materijala, dok se danas sve više koriste postupci površinske obradbe kako bi se dobila bolja pojedina svojstva od svojstava osnovnog materijala. Kako bi se poboljšale karakteristike materijala za izradu alata razvijene su brojne tehnike obradbe. Prije svega se povećava otpornost na trošenje, smanjenje koeficijenta trenja i povećanje korozijske postojanosti. Površinski slojevi se po svojstvima i strukturi i svojstvima razlikuju od jezgre obrađenog materijala. Površine se dorađuju modificiranjem, pri čemu nastaje modificirani sloj od površine prema dubini materijala, te prevlačenjem pri čemu se stvara sloj na polaznoj površini obrađivanog materijala. „Izbor optimalnog postupka ovisi o kompleksnoj analizi očekivanog ponašanja obrađivanog predmeta u odgovarajućim uvjetima primjene, posebice sa stajališta mehaničke, kemijske i toplinske stabilnosti, uzimajući u obzir i dimenzije obrađivanog predmeta.“[2]

Toplinske obradbe korištene prilikom izrade diplomskog zadatka jesu nitriranje i prevlačenje. U nastavku teksta prikazane su spomenute metode i očekivana svojstva nakon njihove primjene.

#### 3.1. Nitriranje

Nitriranje je „žarenje u sredstvu koje odaje dušik N, s ciljem da se dobije površina obogaćena dušikom“[3]. Nitriranjem se postižu znatno drugačija svojstva nitriranog sloja u odnosu na jezgru poput povišenja tvrdoće i otpornosti na trošenje, povećanja otpornosti na koroziju i smanjenje faktora trenja. Glavni cilj nitriranja je povećavanje otpornosti na trošenje, što je posljedica stvaranja nitrida (dušikovi spojevi sa željezom), te dušikovih spojeva s elementima s kojima su čelici za nitriranje legirani. Nitrirani se mogu svi čelici i

željezni ljevovi, no do velikog povišenja tvrdoće na površini dolazi samo ako u čeliku ima legirajućih elemenata nitridotvoraca, posebice Ti, W, Mo, V, Mn, Cr, Al. „Kod nelegiranih čelika prilikom nitriranja ne dolazi do velikog povećanja tvrdoće na površini obrađenog predmeta.“[3]. Za nitriranje nisu pogodni predmeti s oštrim kutovima jer dolazi do rasta sloja na tim mjestima i do povećanja krhkosti[2]. Vrste nitrida i topivost dušika u kristalnoj rešetci željeza pri nitriranju je vidljiva iz dijagrama stanja Fe-N (slika 5).



$\alpha$ -faza (površina ABC): kubična prostorno centrirana Fe-rešetka (BCC); na 590°C otapa 0,45 %N, a na 20°C 0,001%N;

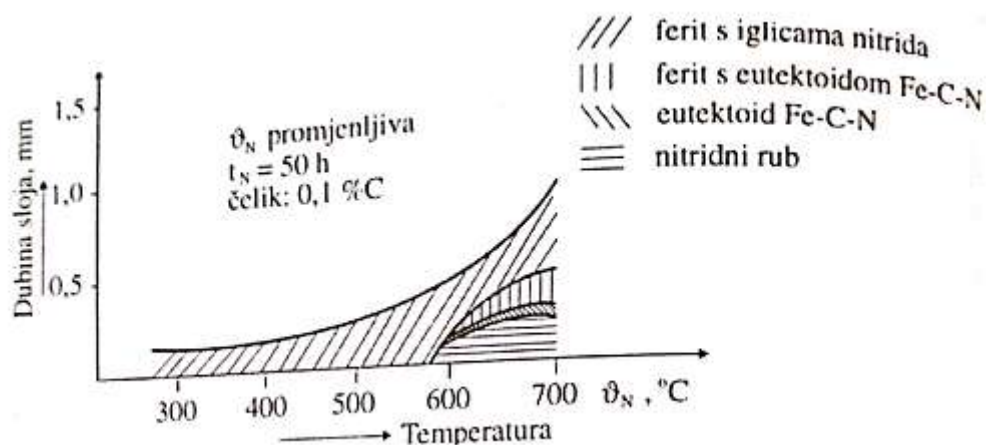
$\gamma$ -faza (površina EDFG): FCC-rešetka željeza, atom N u intersticijskim prostorima Fe-rešetke. Postoji samo pri >590°C, a otapa maks. 2,75 %N. Na 2,35% je eutektoid, koji hlađenjem postaje braunit, a sastoji se od faza  $\alpha$  i  $\gamma$ ;

$\gamma'$ -faza (površina HJML): kubična plošno centrirana rešetka, promjenljiva je sastava: 5,5...5,95 %N, odgovara kemijskom spoju  $\text{Fe}_4\text{N}$ . Iznad 650°C disocira;

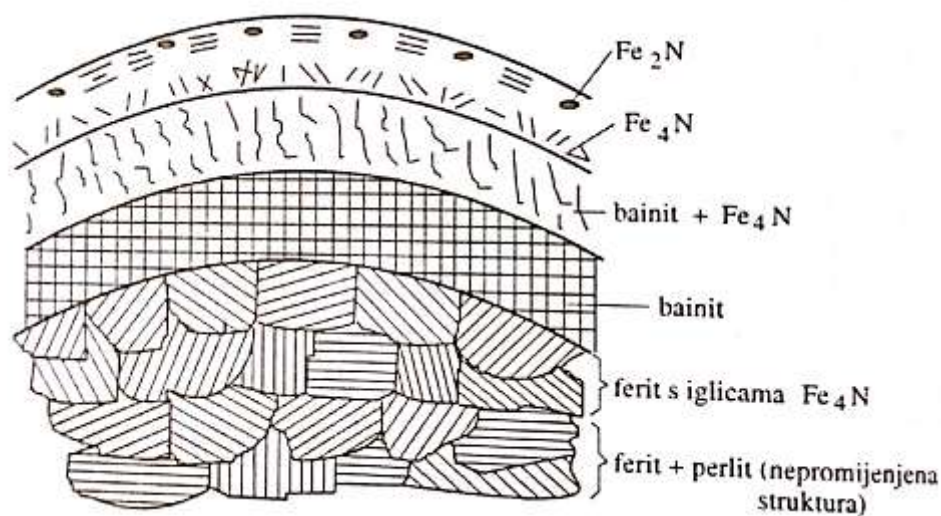
$\epsilon$ - faza (površina desno od POLN): kemijski spoj  $\text{Fe}_2\text{N}$  promjenljivog sastava (8,1 do 11,2 %N), heksagonske rešetke, N u intersticijama. Disocira iznad 500 °C;

**Slika 5.** Dijagram stanja Fe-N [3]

Slika 6 prikazuje moguće mikrostrukturne faze nakon nitriranja čistog željeza ovisno o temperaturi nitriranja. Na slici 7 je shematski prikazana struktura rubnog sloja nakon dugotrajnog plinskog nitriranja.



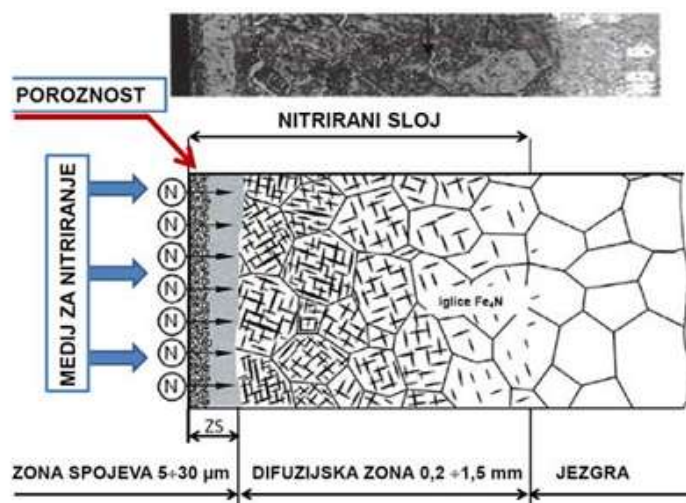
**Slika 6.** Pojava karakterističnih struktura ovisno o temperaturi nitriranja [3]



**Slika 7.** Shematski prikaz izgleda strukture nakon nitriranja čistog željeza [3]

Nitriranje se provodi na temperaturama nižim od 590°C jer se na višim temperaturama stvaraju krhki Fe-N spojevi. S obzirom na temperaturu provođenja nitriranja ne dolazi do prekrystalizacije donosno deformacije volumena. Povišenje tvrdoće rezultat je promjene kemijskog sastava površinskog sloja pri čemu nastaje zona spojeva i/ili difuzijska zona

(slika 8). Zona spojeva, često se naziva i „bijeli sloj“ debljine do 30  $\mu\text{m}$  sastoji se od nitrida željeza nastaje kada se premaši rastvorljivost dušika u osnovnom materijalu. Zona spojeva tvrda je i krhka, a u nekim postupcima nitiranja nakon dugotrajnog nitiranja može se pojaviti i poroznost [4]. U pravilu postupak nitiranja uz povišenje tvrdoće smanjuje koeficijent trenja, sklonost naljepljivanja, kao i reaktivnost s okolnim sredstvima te povećava dinamičku izdržljivost. Nitirani površinski sloj u većini slučajeva poboljšava otpornost na koroziju, posebice u uvjetima kloridne, octene i fosfatne kiseline.[2]



**Slika 8.** Mikrostruktura nitiranog sloja nakon plazmatskog ili plinskog nitiranja[4]

Prednosti postupka nitiranja u odnosu na druge postupke otvrdnjavanja površine jesu sljedeći [2]:

- zbog nisko temperaturne obradbe ne provodi se kaljenje te su minimalne distorzije i dimenzionalne promjene obrađivanih predmeta;
- nitiranjem se postiže povećana površinska tvrdoća, viša otpornost na trošenje i zamor, povećana korozijska otpornost (osim kod nehrđajućih čelika), dobra otpornost na mekšanje tijekom popuštanja te visoka vrijednost tvrdoće i na višoj temperaturi;
- proizvodi obrađeni nitiranjem mogu se pouzdano koristiti do temperature 650°C kraće vrijeme, a do 540 °C i dulje vrijeme;
- obrađeni predmeti su bez površinske kontaminacije i nitiranje može biti završni postupak obradbe;
- nitirati se može selektivno, a uspješno se nitiraju i predmeti nepravilnih oblika.



Glavni nedostaci postupka nitriranja jesu slijedeći [2]:

- dugotrajnost postupka (od 24 do 72 sata);
- dobivena krhka i tanka zona spojeva (tzv. „bijeli spoj“) koji se sastoji od mješavine Fe-nitrida, može biti nepovoljna na nosivim površinama je te nitridne faze imaju tendenciju da se okrhnu u primjeni. Uklanjanje „bijelog sloja“ je skupo i dugotrajno (mehaničko brušenje, pjeskarenje staklenim kuglicama ili uklanjanje kemijskim putem) i nužno ga je provesti prije uporabe predmeta. Potpuno uklanjanje zone spojeva moguće je kratkim uranjanjem u toplu cijanidnu (NaCN) vodenu otopinu;
- prisutnost  $\text{NH}_3$  dima (kod plinskog nitriranja) zahtijeva primjenu odgovarajućeg ventilacijskog sustava;
- tijekom nitriranja može doći i do tzv. krhkosti popuštanja (čelici koji sadrže nikal i molibden imaju veću otpornost na krhkost popuštanja);
- konstrukcija obrađivanih predmeta treba biti bez oštih prijelaza.

Obzirom na sredstvo koje odaje dušik nitriranje se može provoditi u:

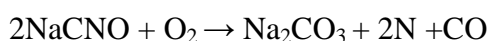
- plinu
- solnim kupkama
- plazmi (ionsko nitriranje).

### 3.1.1. *Nitriranje u plinu*

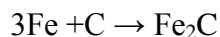
Nitriranje u plinu ili plinsko nitriranje, nije korišteno u eksperimentalnom dijelu ovoga rada te ćemo samo spomenuti neke najosnovnije karakteristike. Ono je najstariji postupak nitriranja, provodi se u struji amonijaka  $\text{NH}_3$  koji se disocira na dušik i vodik. Dušik se apsorbira na površini obratka, a potom i difundira. U peć treba stalno dovoditi novi amonjak jer su neiskorišteni atomi dušika N prešli u molekularno stanje  $\text{N}_2$ . Vrijeme trajanja postupka je između od 20 do 120 sati. Ukupna dubina nitriranja ovisi o temperaturi i trajanju nitriranja, te može iznositi i više od 0,5mm.

### 3.1.2. Nitrokarburiranje u solnoj kupki

Nitrokarburiranje je postupak koji se donedavno nazivao „nitiranje u kupki“, „meko nitiranje“, „postupak TENIFER“, „cijaniranje“ itd. [3] Nitiranje u solnoj kupki (nitrokarburiranje) jedan je od najraširenijih i najjednostavnijih postupaka toplinsko kemijske obradbe. Odvija se u smjesi cijanidno-cijanatnih soli. Prilikom postupka se tale čvrste soli koje se zadržavaju na temperaturi 565-595°C najmanje 12 sati kako bi se odvio proces „starenja“ te se u dobivenu kupku uranjaju predgrijani predmeti. „Starenjem“ kupke se smanjuje sadržaj cijanida (NaCN), a povećava se sadržaj cijanata (NaCNO) te nastaje i mala količina karbonata (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>). Kada se postigne 5% NaCNO kupka se može nesmetano koristiti. Kemijske reakcije pri kojim nastaje slobodni dušik prikazane su u jednadžbi (1).



Ugljični monoksid (CO) oslobađa ugljik koji difundira u željezo (2).

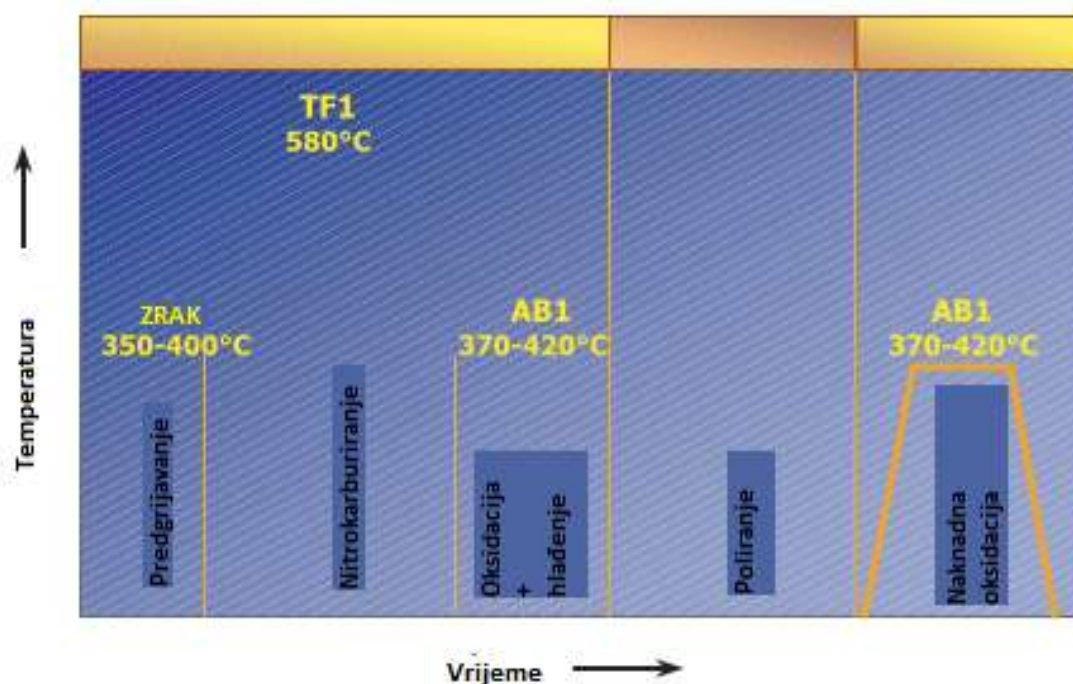


Nitrirani predmeti se mogu hladiti u vodi, polimernoj otopini, ulju ili na zraku. Konstrukcijski čelici se nitrokarburiraju u normaliziranom ili poboljšanom stanju.

Primarni cilj nitrokarburiranja u solnoj kupki je povećanje otpornosti na trošenje (posebice adhezijsko), povećanje dinamičke izdržljivosti te umjereno povećanje korozijske otpornosti [2].

Ovaj postupak je također poznat pod trgovačkim imenima *Tenifer*, *Tufftride* dok se u SAD-u naziva *Melonite*. Uz sam naziv postupka *Tenifer* mogu stajati oznake „P“, „QP“, „QPQ“, pri čemu P označava poliranje, a Q gašenje (engl. *quenching*). Postupak se provodi u više faza (slika 9). U postupku se koristi takozvana TF1 kupka pri temperaturama 480 - 630°C, najčešće 580°C. Prije uranjanja u kupku vrši se predgrijavanje na zraku na temperaturu od 350°C. Specijalno razvijena rashladna kupka AB1 se koristi za oksidaciju nakon tretmana u slanoj kupki. Prilikom tretmana u rashladnoj kupki dolazi do stvaranja sloja

crnog željeznog oksida (magnetita) na površini obrađenog dijela, što drastično povećava otpornost na koroziju. Temperatura rashladne kupke iznosi 370-420°C. U rashladnoj kupki se obrađeni dio hladi do sobne temperature. U slučaju da glatkoća površine nije zadovoljavajuća vrši se poliranje nakon čega se obradak ponovno stavlja u AB1 kupku kako bi se vratila antikorozivna svojstva koja su moguće nastala prilikom poliranja. [5]



Slika 9. QPQ postupak [5]

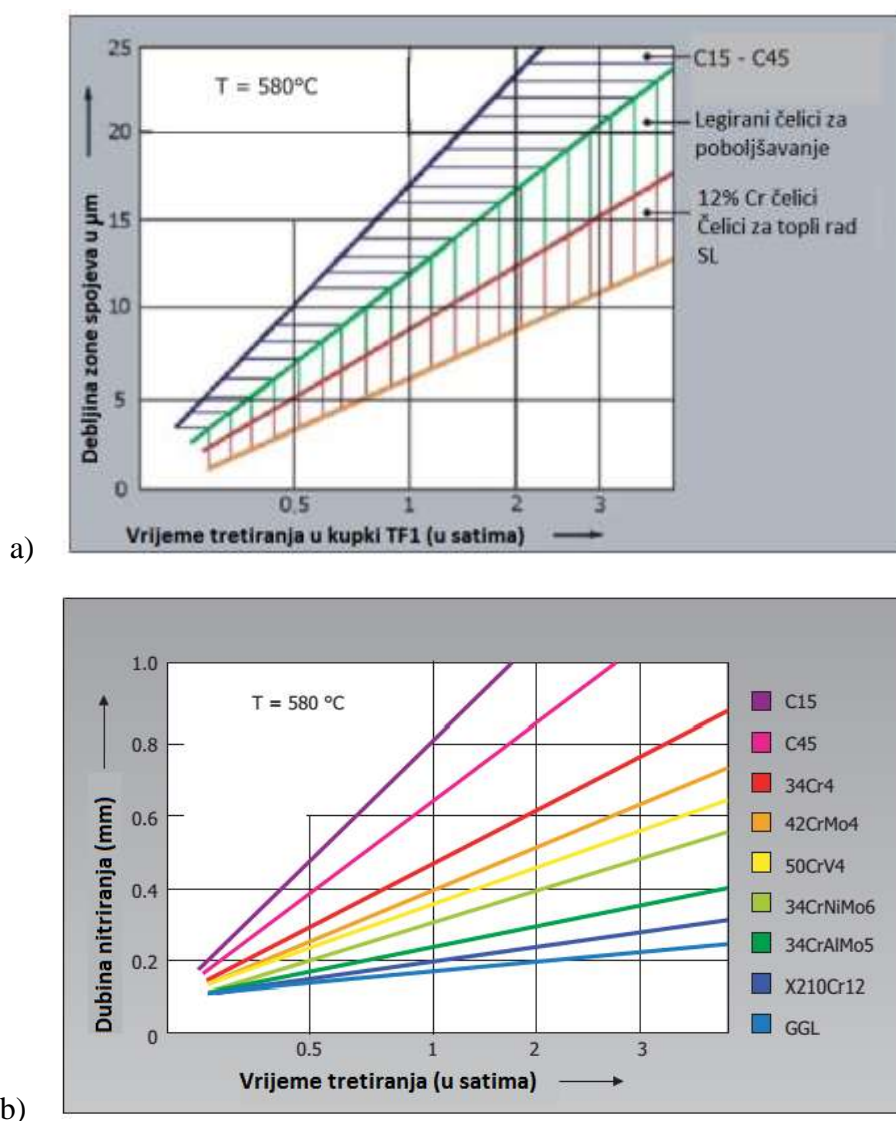
Prednosti nitriranja u solnim kupkama jesu slijedeće[2]:

- solne kupke osiguravaju jednoličan potencijal dušika i smanjuju distorziju obrađivanih predmeta;
- sastav kupke je varijabilan (sadržaj cijanida);
- postupak jeftiniji za masovnu proizvodnju komponenti;
- obradba nakon nitriranja poboljšava korozijsku otpornost i smanjuje koeficijent trenja;
- brzo zagrijavanje predmeta i kraće trajanje postupka
- dobivaju se kvalitetni i reproducibilni slojevi kod obradbe niskougličnih niskolegiranih čelika

Nedostaci nitriranja u solnoj kupki jesu slijedeće[2]:

- toksičnost solnih kupki;
- poteškoće sa zbrinjavanjem otpada;
- potrebno ispiranje da se uklone ostaci od kupke zbog moguće korozije;
- nedovoljna kontrola procesa;

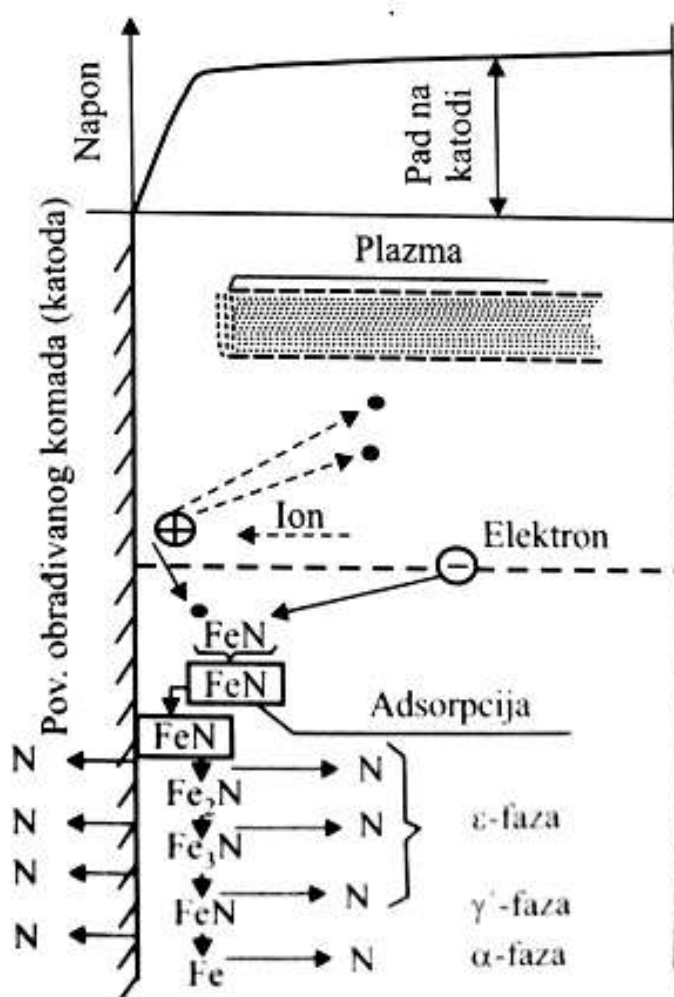
Nitriranjem u solnoj kupki se ne postižu visoke tvrdoće kao što je slučaj kod nitriranja u plinu pa se ovaj postupak naziva i „meko nitriranje“. Odnos dubine nitriranja i debljine zone spojeva ovisno vremenu nitriranja i o vrsti čelika prikazan je na slici 10.



**Slika 10.** Ovisnost: a) debljine zone spojeva i b) dubine nitriranja u solnoj kupki Tenifer o trajanju postupka i vrsti čelika pri 580°C [5]

### 3.1.3. Nitiranje u plazmi ioniziranih plinova

U postupku nitiranja u plazmi, pod utjecajem topline u plinu dolazi do razlaganja na ione i elektrone. Postupak se provodi u atmosferi dušika, amonijaka, smjesi dušika i vodika. Predmet obrade predstavlja katodu, a vakuumaska komora anodu (slika 11).



**Slika 11.** Shematski prikaz površinskih procesa na katodi i anodi [3]

Molekule plina za nitiranje koji se dovodi u vakuumsku komoru disociraju i ioniziraju pod utjecajem visokog napona (400 – 1200V). Ioni dušika pod djelovanjem energije elektrostatskog polja velikom brzinom udaraju u površinu obratka. Pritom uslijed djelovanja kinetičke energije dolazi do zagrijavanja predmeta i izbijanja atoma i elektrona iz njega.

Pravilnim reguliranjem dolazi do razvitka topline koja je dovoljna za odvijanje procesa te nije potreban dodatan izvor topline. Izbijeni i otprašeni atomi željeza vežu se s visokoreaktivnim atomima dušika stvarajući pritom nitrid željeza FeN, koji se apsorbira ili taloži na površini predmeta. Predmet koji se ionizira nije potrebno depasivizirati s obzirom da prilikom izbijanja atoma dolazi do čišćenja njegove površine. Nitiranje u plazmi se provodi na temperaturama između 350°C i 580°C. Na nižim temperaturama je smanjena difuzija dušika, dok na višim temperaturama može doći do mikrostrukturnih promjena.[2]

Prednosti plazmatskog nitiranja u odnosu na druge postupke nitiranja jesu sljedeći [4][6]:

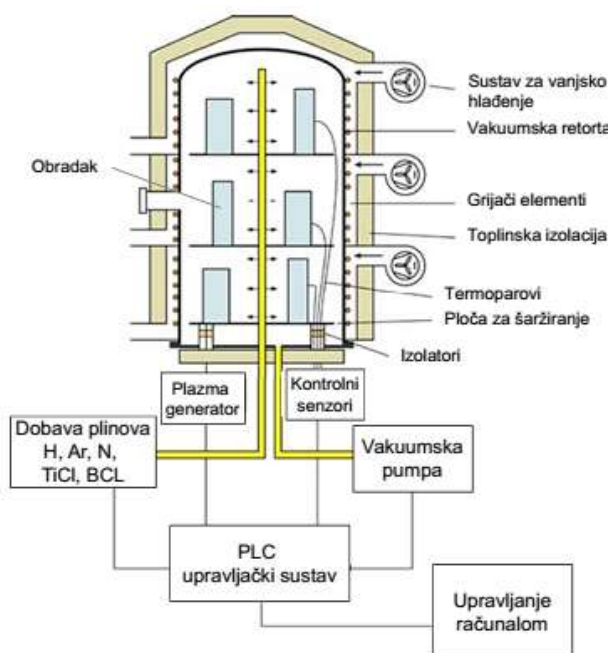
- preciznija kontrola i regulacija parametara procesa;
- izborom odgovarajućih parametara moguće je postići slojeve različitog faznog sastava npr. difuzijska zona sa ili bez zone spojeva (s točnom željenim faznim sastavom);
- manja krhkost ili ljuštenje slojeva uz više površinske tvrdoće;
- mogućnost kontroliranja dubine nitiranog sloja;
- mogućnost selektivnog nitiranja zaštitom površine pastama ili kemijskim putem;
- uniformna tvrdoća i dubina nitiranja posebice kod predmeta složenijih geometrija;
- visoka čistoća i niža hrapavost obrađivanih predmeta;
- manje deformacije;
- ekološki prihvatljiv postupak;
- mogućnost obrade šireg spektra različitih materijala (ljevovi, nehrđajući čelici, brzorezni čelici, metalne legure, itd.);
- viša tvrdoća i žilavost, manja poroznost i veća gustoća te niži faktor trenja zone spojeva mogućnost automatizacije procesa.

Nedostatci plazmatskog nitiranja jesu sljedeći [4][6]:

- složena i skupa oprema;
- opasnost od pregrijavanja;
- teškoće s homogenošću i mjerenjem temperature kod većih predmeta i složenije geometrije.

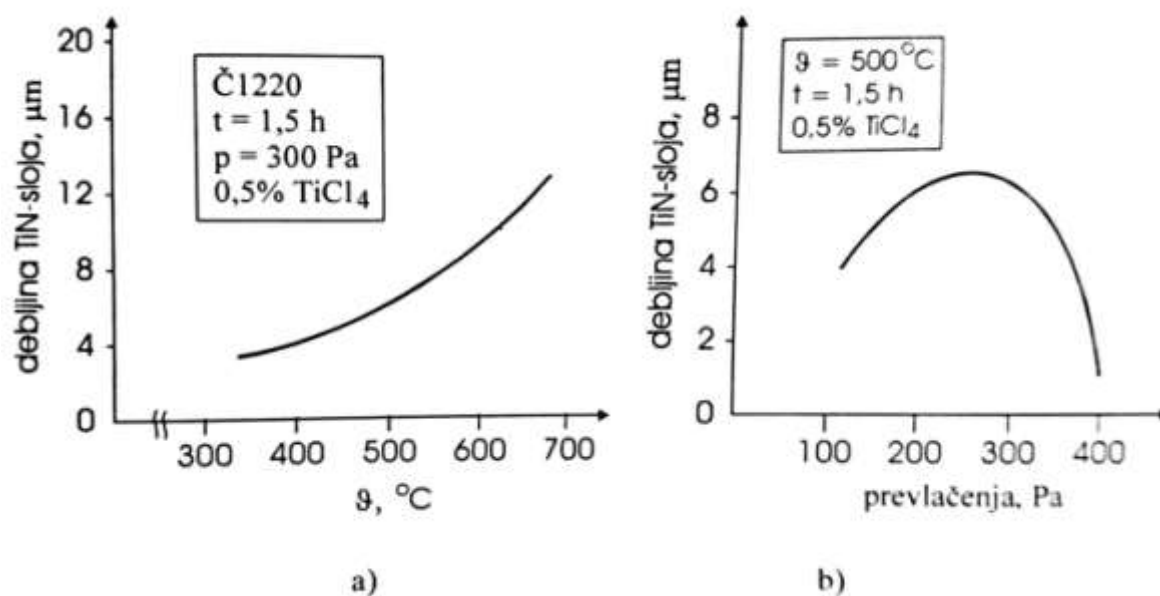
### 3.2. PACVD postupak

Ovaj postupak je razvijen kako bi se izbjegli glavni nedostaci CVD postupaka odnosno visoka temperatura provedbe ( $800^{\circ}\text{C}$  do  $1000^{\circ}\text{C}$ ) koja je ograničavajući faktor u primjeni. Pri provođenju plazmom potpomognutog postupka kemijskog prevlačenja u parnoj fazi PACVD (engl. *plasma assisted chemical vapour deposition*) plazma se koristi za ionizaciju i disocijaciju plinova kao i za zagrijavanja osnovnog materijala i aktivaciju kemijskih procesa što omogućuje sniženje temperature nanošenja. Postoji više načina aktiviranja plazme: pulsiranje istosmjerne struje (DC) ili izmjenične struje (AC), izboji radio frekvencije (RF), primjena mikrovalne (MW) pobude i dr. Pulsirajući DC (eng. *direct current*) plazma CVD postupak istosmjerni napon dijeli na kontrolirane pulsirajuće intervale i intervale pauze. Pulsirajući intervali stvaraju plazmu koja omogućuje prevlačenje te je podešavanjem trajanja pulsirajućih intervala i intervala pauze moguće koristiti dovoljno visok napon bez pregrijavanja supstrata. Sastavni dijelovi uređaja za PACVD postupak su vakuumska komora s grijačima, vakuumske crpke, sustav za dobavu plinova ( $\text{N}_2$ , Ar,  $\text{H}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ) i prekursora ( $\text{TiCl}_4$ ,  $\text{BCl}_3$ ), generator plazme, sustav za neutralizaciju nusprodukata prevlačenja i PLC regulacijski sustav[4]. Shematski prikaz PACVD uređaja prikazan je na slika 12.



Slika 12. Shematski prikaz PACVD uređaja [4]

Brzina stvaranja sloja TiN raste s temperaturom, a maksimalna debljina sloja se postiže uz tlak od 200 Pa (slika 13). Minimalni napon kako bi se održao električno pražnjenje iznosi 400 V.



**Slika 13.** Utjecaj a) temperature i b) tlaka na debljinu TiN sloja [3]

Tvrde prevlake koje nastaju su obično sastavljene od nitrida, borida i karbida te prijelaznih metala (TiN, CrN, TiAlN, TiBN, TiCN)[4]. Prevlake služe prvenstveno radi zaštite površine materijala alata, no koriste se i za poboljšanje podmazivanja, povećanje kemijske postojanosti i otpornosti na koroziju. Tvrdća prevlaka je veća od gotovo svih abrazivnih čestica što je glavni čimbenik uz žilavost kad je u pitanju trošenje. Kod prevlačenja je također bitno dobro prianjanje prevlake na površinu obratka kako ne bi došlo do pukotina i mjehurića te potom i do ljuštenja prevlake. Za dobru prionjivost bitna je čistoća površine koja se prevlači. Također je moguće prije nanošenja prevlake nanijeti međusloj između površine i prevlake ili modificirati površinu radi boljeg nosivog sloja. Podloga mora biti dovoljno tvrda kako bi se spriječilo ljuštenje uslijed deformacije.



## **EKSPERIMENTALNI DIO**

## 4. ISPITNI UZORCI I TOPLINSKA OBRADA UZORAKA

### 4.1. Ispitni uzorci i plan ispitivanja

Postupak brušenja, za što je alat namijenjen spada u postupke obrade odvajanjem čestica. Obrada odvajanjem čestica je najčešća vrsta obrade drveta. Pritom se od osnovnog materijala odvaja čestica znatno manja od obratka. Strugotina je nepravilnih oblika te se u pravilu ne koristi u daljnjoj obradi. Ispitani alat je univerzalni alat za kutne brusilice namijenjen za obradu drveta, plastike, guma, umjetnih smola i ostalih “mekih” materijala. Zbog njegove konstrukcije, moguće je odstranjivati veći volumen materijala u odnosu na brusne ploče ili brusni papir, a vijek trajanja je i nekoliko desetaka puta dulji od primjerice ploče sa lamelarnim brusnim papirom. Dakle postiže se veća brzina rada uz manju potrošnju alata.

Poznati alati koji se ugrađuju na kutnu brusilicu kao što su brusna ploča ili brusni papir sadrže određene nedostatke. Prilikom obradbe mekih materijala kao što su drvo ili plastika s brusnom pločom ili brusnim papirom, dolazi do njihovog zapunjavanja, odnosno strugotina popuni prostor između reznih zrnaca što umanjuje učinak brušenja, povećava se trenje između alata i obratka, a time se povećava temperatura na obrađivanoj plohi. S ovako zapunjenom brusnom pločom ili papirom onemogućena je daljnja obrada i dolazi do “spaljivanja” površine te svojstvo samooštrenja brusne ploče ne dolazi do izražaja. Sličan problem se javlja i kod primjene alata s brusnim papirom, gdje se pored navedenog javlja i relativno brzo trošenje brusnog papira zbog njegove konstrukcije kao takve.

Ovim alatom omogućuje se obradba s većim učinkom u smislu količine odvojene čestice u jedinici vremena u odnosu na poznate alate za kutnu brusilicu. Montaža alata na kutnu brusilicu vrši se stezanjem za njenu osovinu preko originalne stezne pločice i matice od brusilice. Rotacijom alata na brusilici u rasponu od 1.500 do 11.000 okr./min ostvaruje se kinematika potrebna za rezanje materijala. Rotaciona perforirana turpija “Rašpa” izrađena je od čeličnog lima debljine 0,7 mm. Alat je promjera d115 i d125 mm, te veličine zuba 1.5 mm, 2 mm, te 2.5 mm. [6]. S obzirom da je alat oblikovan deformiranjem iz hladnovaljanog lima mogu se pojaviti zaostala naprezanja koja su uobičajena prilikom obrade deformacijom. To ima za posljedicu da je alat svojim oblikom i konstrukcijom sklon toplinskim deformacijama.

Ispitni uzorci izrađeni su od hladno valjanog nelegiranog ugljičnog čelika oznake DC01 HRN EN 10130. Kemijski sastav uzoraka dan je u tablici 2.

Vanjske mjere uzorka jesu sljedeće:

- vanjski promjer  $\varnothing 115$  mm,  $\varnothing 125$  mm
- promjer provrta za postavljanje na brusilicu  $\varnothing 22$  mm,
- debljina lima 0.7 mm.

**Tablica 2. Kemijski sastav ispitnih uzoraka**

%C	%Si	%Mn	%S	%P	%Al
0,074- 0,096	0,009- 0,018	0,224- 0.300	0.005- 0,015	0.010- 0,017	0,033- 0,045

Obavljena su ispitivanja na četiri uzorka obrađena različitim površinskim obradama (tablica 3).

**Tablica 3. Postupci toplinske obrade ispitnih uzoraka**

Modifikacije i prevlake na pojedinim uzorcima			
Uzorak 1	Tenifer	-	-
Uzorak 2	Nitriranje u plazmi	-	-
Uzorak 3	Nitriranje u plazmi	PACVD TiN	-
Uzorak 4	Nitriranje u plazmi	PACVD TiN	PACVD TiCN

Na pripremljenim uzorcima provedena su ispitivanja mikrotvrdoće rubnog sloja, mikrostrukture rubnog sloja, ispitivanje dubine nitriranog sloja, debljine prevlaka te gubitak mase uslijed korozije.

#### 4.2. Toplinska obrada uzoraka

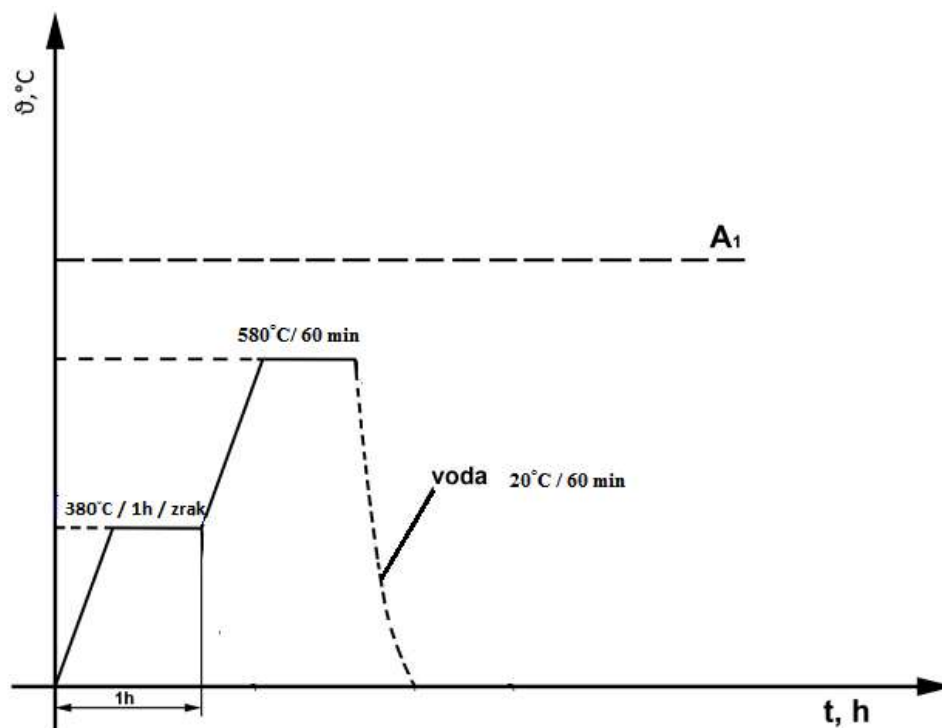
Ispitivani uzorci su toplinski modificirani nitriranjem i presvučeni PACVD postupkom. Toplinska obrada uzoraka je provedena na fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Nitrokarburiranje prvog uzorka je provedeno postupkom tenifer s predgrijavanjem na 380°C, držanjem u slanoj kupki TF1 u peći (slika 14) na 580°C u trajanju od 40 minuta, hlađenjem u vodi te čišćenjem također u vodi (tablica 4)(slika 15). Izgled uzorka 1 nakon nitrokarburiranja u solnoj kupki TENIFER prikazan je na slici 16.



Slika 14. Peć za postupak *tenifer* "DURFERRIT-DEGUSSA GmbH"

Tablica 4. Parametri *Tenifer* postupka

Faza	NAZIV POSTUPKA	RADNI PARAMETRI	UREĐAJ ZA PROVEDBU POSTUPKA
1.	Predgrijavanje	380°C / 1h / zrak	-Jamska peć s automatskom regulacijom temperature (bez zaštitne atmosfere) -Proizvođač: „Borel GmbH“, Njemačka, - Tip: 11-71
2.	Nitrokarburiranje u solnoj kupki postupkom TENIFER	580°C/ 60 min	-Solna kupka TENIFER s automatskom regulacijom temperature - Proizvođač:"DURFERRIT-DEGUSSA GmbH", Njemačka -Sol: „DURFERRIT TF1”
3.	Hlađenje u vodi	20°C / 60 min	-Bazen za hlađenje -Proizvođač: FSB-LTO
4.	Čišćenje i neutralizacija soli	20°C	-Bazen za pranje i čišćenje -Proizvođač: FSB-LTO -voda iz gradske vodovodne mreže uz dodatak NaOH



**Slika 15.** Dijagram provedenog postupka nitrokarburiranja

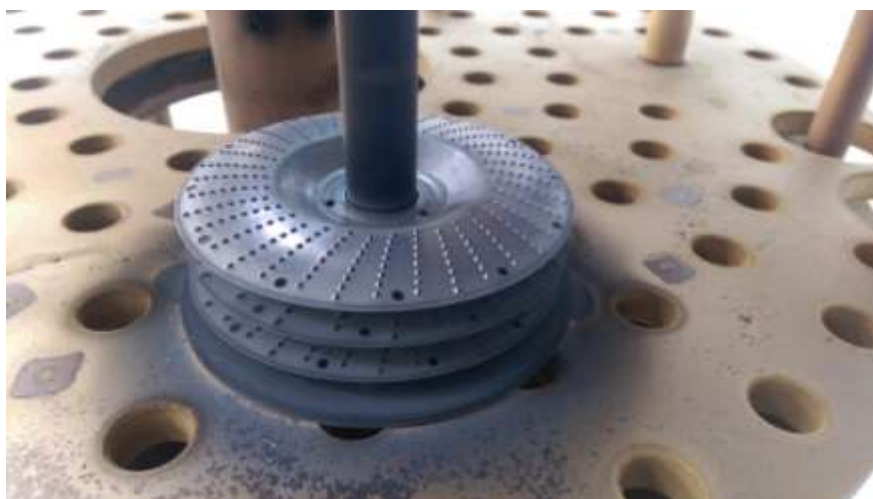


**Slika 16.** Izgled ispitnog uzorka nakon postupka nitrokarburiranja u solnoj kupki Tenifer (uzorak 1)

Za postupke nitriranja u plazmi i PACVD prevlačenje korišten je uređaj Rübig PC 70/90 (slika 17). Uzorci su šaržirani na nosaču kao što je prikazano na slici 18.



**Slika 17.** Uređaj Rübig PC 70/90



**Slika 18.** Šaržiranje pri postupku plazmatskog nitriranja

Na drugom uzorku (slika 19) je provedena modifikacija površine postupkom plazmatskog nitriranja. Parametri plazmatskog nitriranja su dani u tablici 5.

**Tablica 5. Parametri plazmatskog nitriranja**

Opis koraka	Plazmatsko nitriranje
Trajanje [h]	20h
Tlak [mbar]	4,4
Temperatura [°C]	540
Sastav plinova	5% Ar, 20% N <sub>2</sub> , 75% H <sub>2</sub>
Napon plazme [V]	560
Snaga plazme [W]	1800

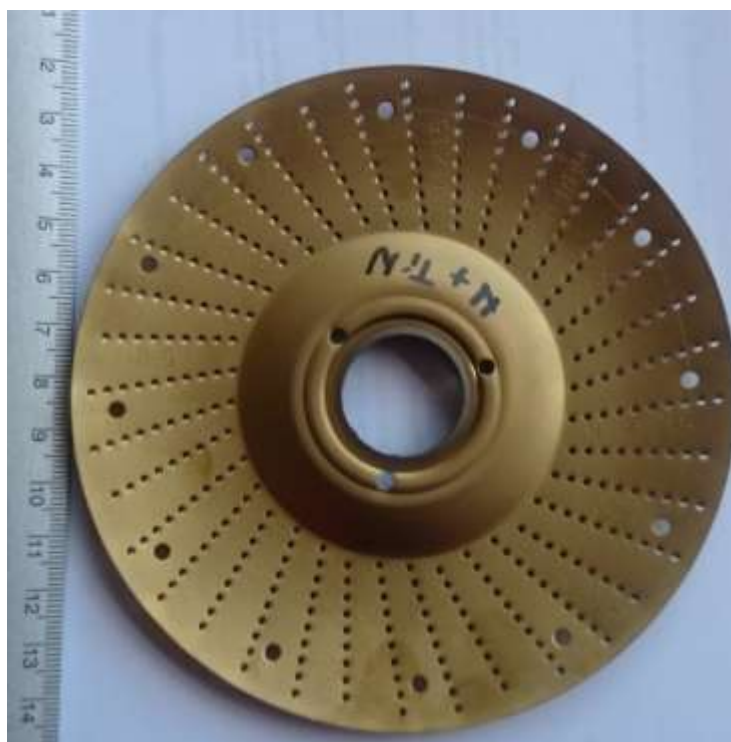


**Slika 19.** Izgled ispitnog uzorka nakon postupka plazmatskog nitriranja (uzorak 2)

Treći uzorak je modificiran plazmatskim nitriranjem (slika 20), nakon čega je presvučen TiN u istom uređaju. Pri provedbi PACVD postupka korišteni su parametri dani u tablici 6.

**Tablica 6. Parametri PACVD postupka prevlačenja TiN**

Opis koraka	TiN
Trajanje [h]	4,5
Tlak [mbar]	2
Temperatura [°C]	500
Sastav plinova	6% Ar, 10% N <sub>2</sub> , 84% H <sub>2</sub>
Prekursori	TiCl <sub>4</sub>
Napon plazme [V]	490
Snaga plazme [W]	1650



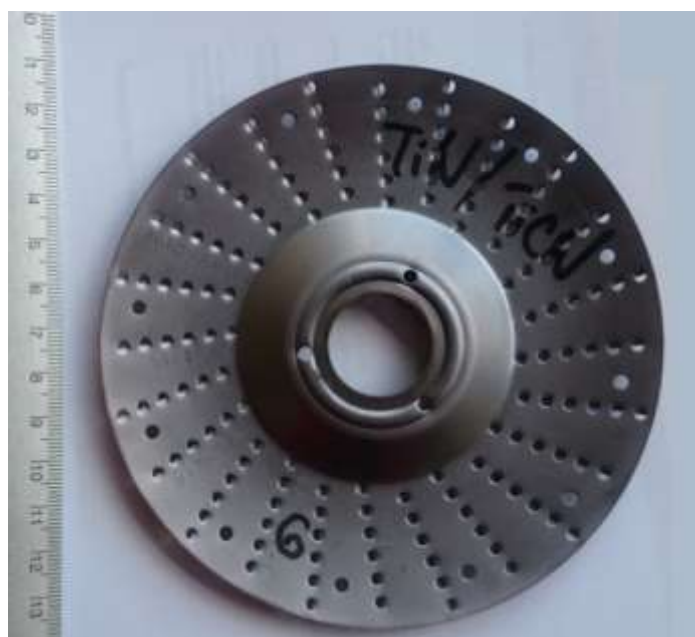
**Slika 20.** Izgled ispitnog uzorka nakon postupka plazmatskog nitriranja i prevlačenja TiN (uzorak 3)



Posljednji, četvrti uzorak (slika 21) je nakon modifikacije plazmatskim nitriranjem presvučen PACVD postupkom prevlakama TiN te ptevlskom TiCN. Postupak prevlačenja je proveden na temperaturi od 500°C i trajao je ukupno 7,5 sati. Parametri postupka su dani u tablici 7.

**Tablica 7. Parametri PACVD postupka TiN/TiCN**

Opis koraka	TiN	prijelaz TiN→TiCN	TiCN
Trajanje [h]	1,5	0,5	5,5
Tlak [mbar]	2	2	2
Temperatura [°C]	500	500	500
Sastav plinova	6% Ar, 10% N <sub>2</sub> , 84% H <sub>2</sub>	6% Ar, 10% N <sub>2</sub> , 84% H <sub>2</sub>	6% Ar, 8% N <sub>2</sub> , 86% H <sub>2</sub>
Prekursori	TiCl <sub>4</sub>	CH <sub>4</sub> , TiCl <sub>4</sub>	CH <sub>4</sub> , TiCl <sub>4</sub>
Napon plazme [V]	490	490	490
Snaga plazme [W]	1650	1400	1400

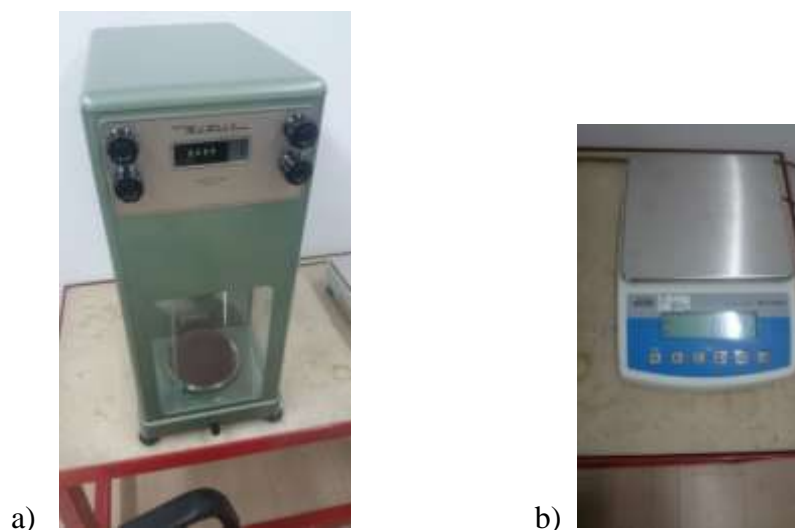


**Slika 21.** Izgled ispitnog uzorka nakon postupka plazmatskog nitriranja i prevlačenja TiN/TiCN (uzorak 4)

## 5. ISPITIVANJE OTPORNOSTI NA KOROZIJU I SVOJSTAVA RUBNOG SLOJA

### 5.1. Ispitivanje otpornosti na koroziju u slanoj komori

Prije ispitivanja uzoraka u slanoj komori obavljeno je čišćenje i određivanje mase. na preciznoj vagi u Laboratoriju za tribologiju FSB-a s preciznošću  $10^{-4}$  grama. Prije mjerenja na preciznoj vagi vaganje je izvršeno na kontrolnoj vagi kako bi lakše podesili preciznu vagu i izvršili mjerenje (slika 22). Isti postupak je ponovljen nakon vađenja uzoraka iz slane komore.



**Slika 22.** a) Precizna i b) kontrolna vaga

Za ispitivanje otpornost na koroziju uzorci su izloženi slanoj magli (slika 23) u slanoj komori (slika 24) tijekom 24 h. Pritom su korišteni parametri prikazani u tablici 8.

Tablica 8. Parametri ispitivanja u slanoj komori

P a r a m e t r i i s p i t i v a n j a	Norma HRN ISO 9227	Uvjeti ispitivanja
Trajanje ispitivanja, h	prema dogovoru	24
Temperatura ispitnog prostora, °C	35±2	35±0,1
Temperatura ovlaživača komp. zraka, °C	45 - 50	50
Tlak komprimiranog zraka, bara	0,7 – 1,4	1,4
Korištena otopina	NaCl	NaCl
Koncentracija korištene otopine, %	5	5
Količina sakupljenog kondenzata, ml/80cm <sup>2</sup> /h	1,5±0,5	1,9
pH vrijednost kondenzata pri 25±2°C	6,5 – 7,2	6,92
Provodljivost destilirane vode, µS/cm pri 25±2°C	max. 20	7,75



Slika 23. Ispitni uzorci prije ispitivanja u slanoj komori u trajanju 24 h



Slika 24. Slana komora

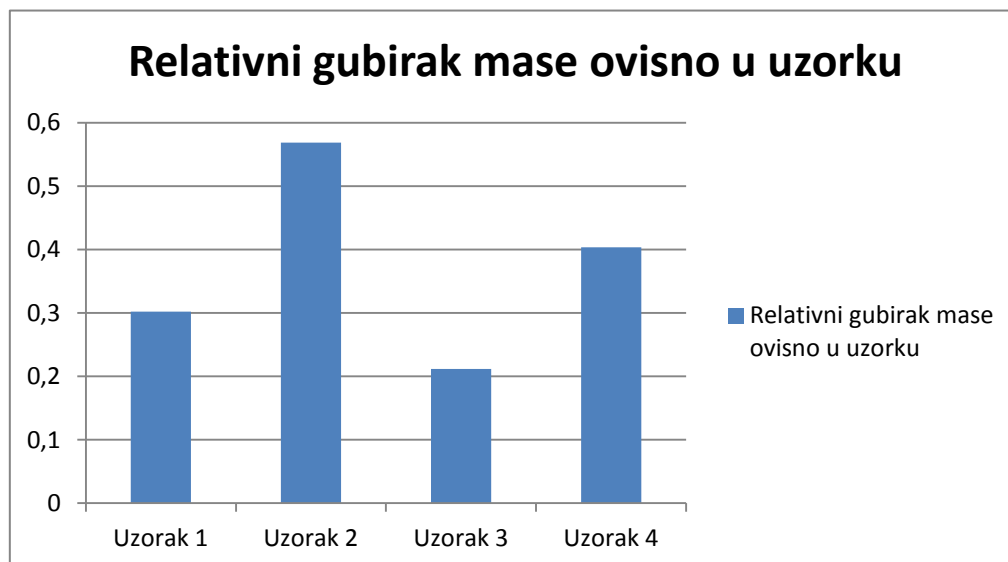
Apsolutni i relativni gubitak mase ispitnih uzoraka nakon korozije u slanoj komori naveden je u tablici 9. Na slici je prikazan relativni gubitak mase pojedinog uzorka u odnosu na masu prije korozije u slanoj komori.

Tablica 9. Gubitak mase ispitnih uzoraka roto-rašpe nakon korozije

Uzorak	Početna masa [g]	Masa nakon korozije [g]	Gubitak mase [g]	Relativni gubitak mase [%]
1	54,4830	54,3186	0,1644	0,3017
2	56,6520	56,3298	0,3222	0,5687
3	69,8830	69,7353	0,1477	0,2114
4	72,4630	72,1708	0,2922	0,4032




Najmanji relativni gubitak mase uslijed korozije u iznosu od 0,2114% uočen u uzorku 3 koji je plazmatsko nitriran te prevučen prevlakom TiN, dok je najveći gubitak od 0,5687%

imao uzorak 2 čija je površina modificirana postupkom plazmatskog nitriranja (slika 25). Izgled nitrokarburiranog i nitriranog uzorka prije i nakon ispitivanja te čišćenja prikazan je u tablici 10, a izgled prevučenih uzoraka roto-rašpe prije i nakon ispitivanja u slanoj komori prikazan je u tablici 11.









**Slika 25.** Relativni gubitak mase ispitnih uzoraka nakon korozije 24 h u slanoj komori

**Tablica 10. Izgled nitrokarburiranog i nitriranog uzoraka roto-rašpe prije i nakon ispitivanja u slanoj komori**

Uzorak	Uzorak prije ispitivanja u solnoj komori	Nakon ispitivanja u solnoj komori	Nakon čišćenja
1			
2			



Tablica 11. Izgled prevučenih uzoraka roto-rašpe prije i nakon ispitivanja u slanoj komori

Uzorak	Uzorak prije ispitivanja u solnoj komori	Nakon ispitivanja u solnoj komori	Nakon čišćenja
3			
4			

## 5.2. Svojstva rubnog sloja

Uzorci roto-rašpe se analiziraju pomoću svjetlosnog mikroskopa koji je konstruiran tako da koristi svjetlost koja pada na površinu uzorka te radi neprozirnosti metala i legura reflektira se natrag u mikroskop. Mikroskop povećava sliku površine metalnog uzorka uz pomoć sustava zrcala i leća. Zbog korištenja reflektiranog svjetla s površine metalnog uzorka, površina uzorka mora se prije mikroskopiranja temeljito pripremiti.

Kako bi promatrali mikro strukturu uzoraka, bilo ih je potrebno metalurški pripremiti. Priprema se sastoji od izrezivanja isječka iz svake rašpe. Prilikom rezanja potrebno je spriječiti pregrijavanje i stvaranje pukotina na uzorku. Nakon što su uzorci izrezani zaliveni su u polimernu (akrilnu) masu (slika 26) u standardni oblik kapsule prikladan za daljnje rukovanje pri mehaničkoj obradi željenog presjeka.



**Slika 26.** Metalografski pripremljen uzorak



Tako zaliveni uzorci se bruse u više koraka. U ovom slučaju brušenje je vršeno u pet koraka korištenjem brusnog papira finoće od 320 do 4000 (tablica 12). Nakon svake izmjene brusnog papira, metalografski uzorak se uvijek ispiru u vodi, a sljedeće brušenje počinje zakretanjem uzorka za 90° s obzirom na prethodni smjer brušenja.

**Tablica 12. Parametri brušenja metalografskih uzoraka**

Stupanj brušenja	I	II	III	IV	V
Podloga	SiC papir	SiC papir	SiC papir	SiC papir	SiC papir
Abraziv	SiC	SiC	SiC	SiC	SiC
Veličina zrna	320	500	1000	2000	4000
Sredstvo za hlađenje	Voda	Voda	Voda	Voda	Voda
Broj okretaja	300	300	300	300	300
sSila	Ručno	Ručno	Ručno	Ručno	Ručno

Nakon brušenja pristupa se poliranju uzoraka. Uzorci su polirani Md-Chem diskom i silika pastom veličine zrna 0,04μm u trajanju od 5 minuta pri 150 okr/min pri djelovanju sile od 20N (tablica 13).

**Tablica 13. Parametri poliranja metalografskih uzoraka**

Podloga	Abraziv	Broj okretaja	Trajanje	Pritisak
Md-Chem	Silika pasta 0,04 μm	150 okr/min	5minuta	20N

Za potrebe analize strukture uzorke smo nagrizli nitalom, tri postotnom otopinom HNO<sub>3</sub> u alkoholu.

### 5.3. Mikrotvrdoća rubnog sloja

Ispitivanje mikro tvrdoće rubnog sloja vršen je vickersovom metodom uz pomoć mikro tvrdomjera *Instron Wilson Wolpert Tukon 2100b* (slika 27). Vickersova metoda razvijena je u Velikoj Britaniji 1925. godine od strane tvrtke Vickers. Korištenjem Brinellove metode nije moguće mjeriti tvrdoće veće od 450 HBS. Prilikom korištenja iste na materijalima više tvrdoće na indentoru (kuglica koja se utiskuje u materijal) dolazilo je do deformacije. Primjenom drugog materijala indentora te promjenom njegove geometrije riješen je nedostatak Brinellove metode.



**Slika 27.** Mikrotvrdomjer *Instron Wilson Wolpert Tukon 2100b*

Pri ispitivanju tvrdoće metodom Vickers koristi se dijamant oblika pravilne četverostrane piramide čiji kut između stranica iznosi  $136^\circ$ . Prilikom mjerenja tvrdoće indenter ostavlja otisak četverostrane piramide kvadratne baze. Pomoću sile utiskivanja, te izmjerene srednje vrijednosti dijagonale računamo tvrdoću. Tvrdoća se izračunava pomoću matematičkih izraza za računanje površine (3) udubljenja četverostrane piramide te omjera primijenjene sile i površine (4).

$$A = \frac{d^2}{2\sin(136^\circ/2)} \approx \frac{d^2}{1,8544} \text{ (mm}^2\text{)} \quad (3)$$

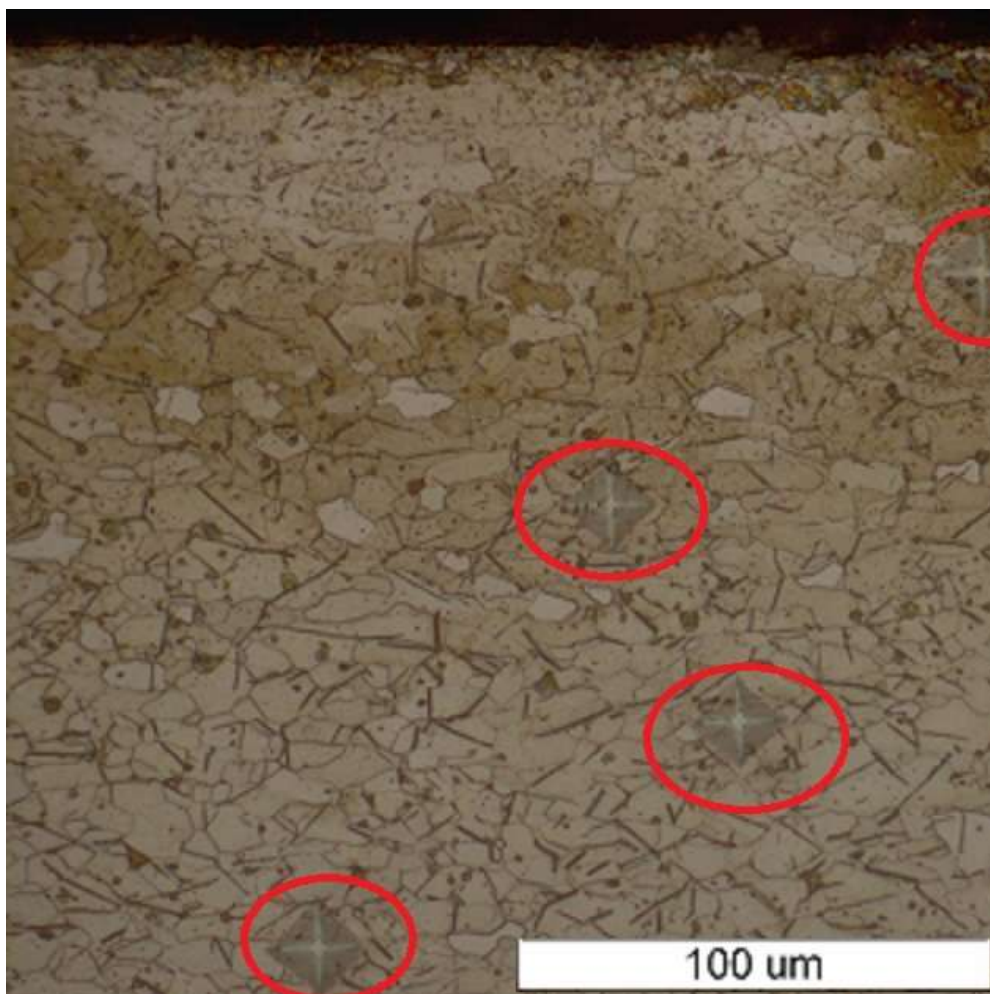
$$HV = \frac{F}{A} \approx \frac{1,8544 F}{d^2} \quad (4)$$

Uzorak je prije mjerenja bio metalurški pripremljen i kapsuliran. Prije provođenja mjerenja uzorak je specijalnim alatom (slika 28) utisnut u plastelin kako bi osigurali da indenter prodire okomito na presjek rašpe.



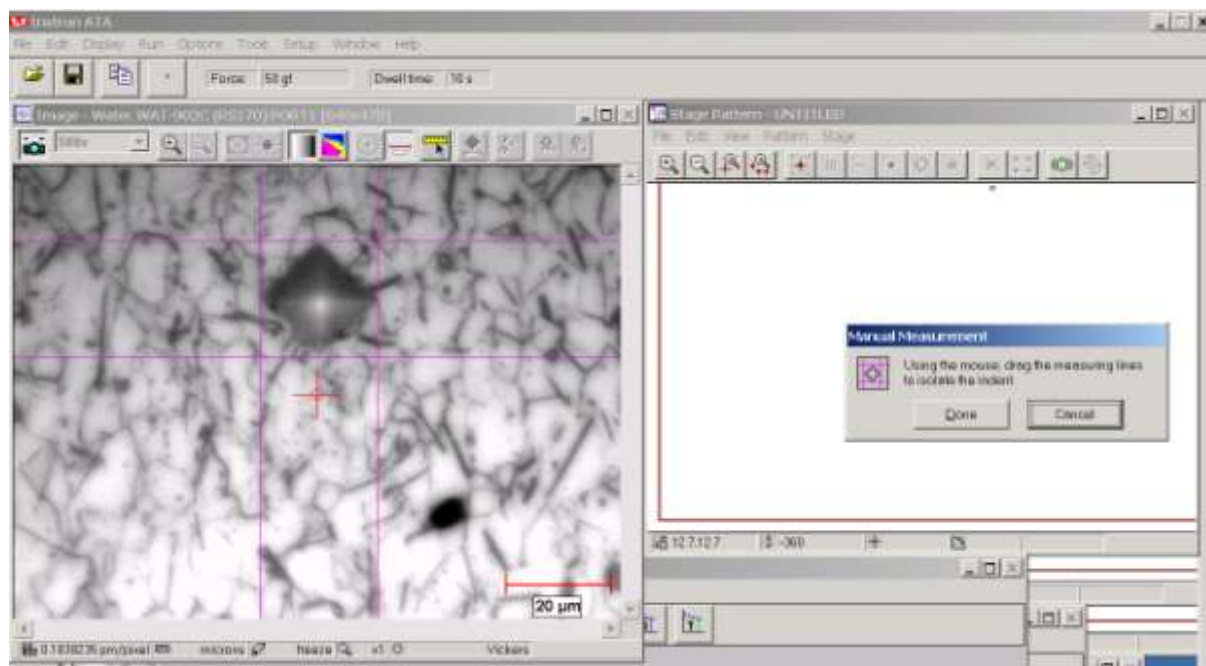
**Slika 28.** Ispitni uzorci i alat za utiskivanje uzoraka u plastelin

Za provedbu ispitivanja korištena je sila od 50gf, a ispitivanje smo provodili povećavajući udaljenost od ruba četiri puta za  $50\mu\text{m}$  (slika 29) na dvije različite slučajno odabrane pozicije. Također je ispitana i tvrdoća jezgre uzorka uz tri ponovljena ispitivanja.

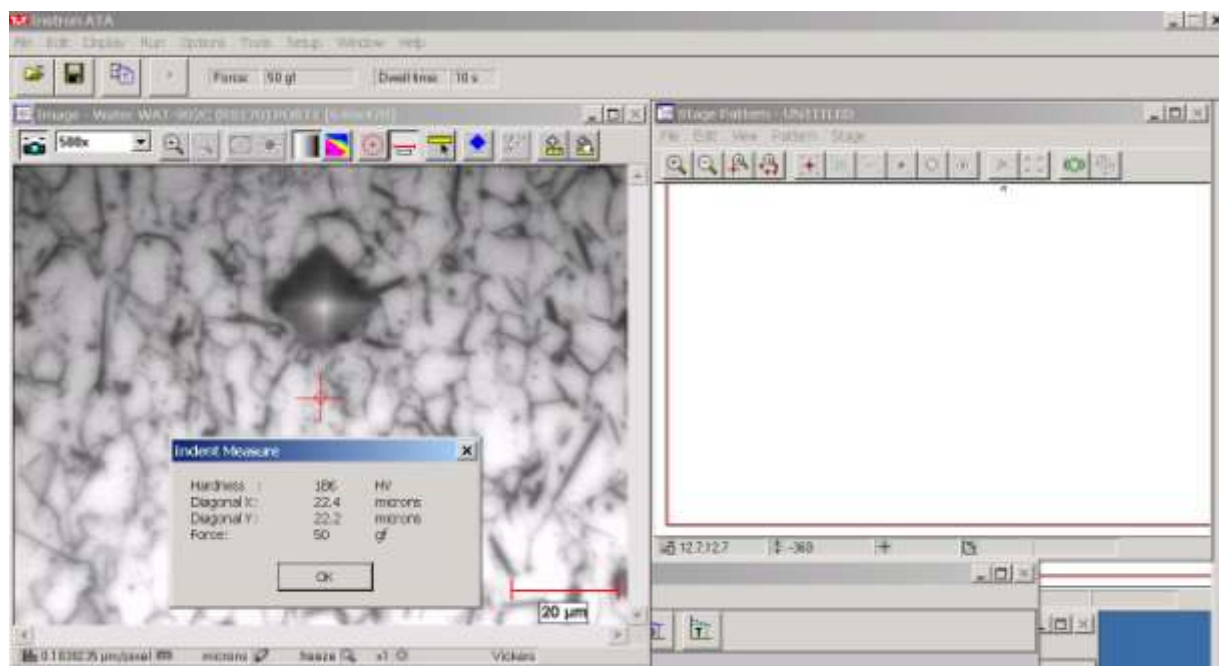


**Slika 29.** Mjesta ispitivanja tvrdoće u rubnom sloju (povećanje 500x)

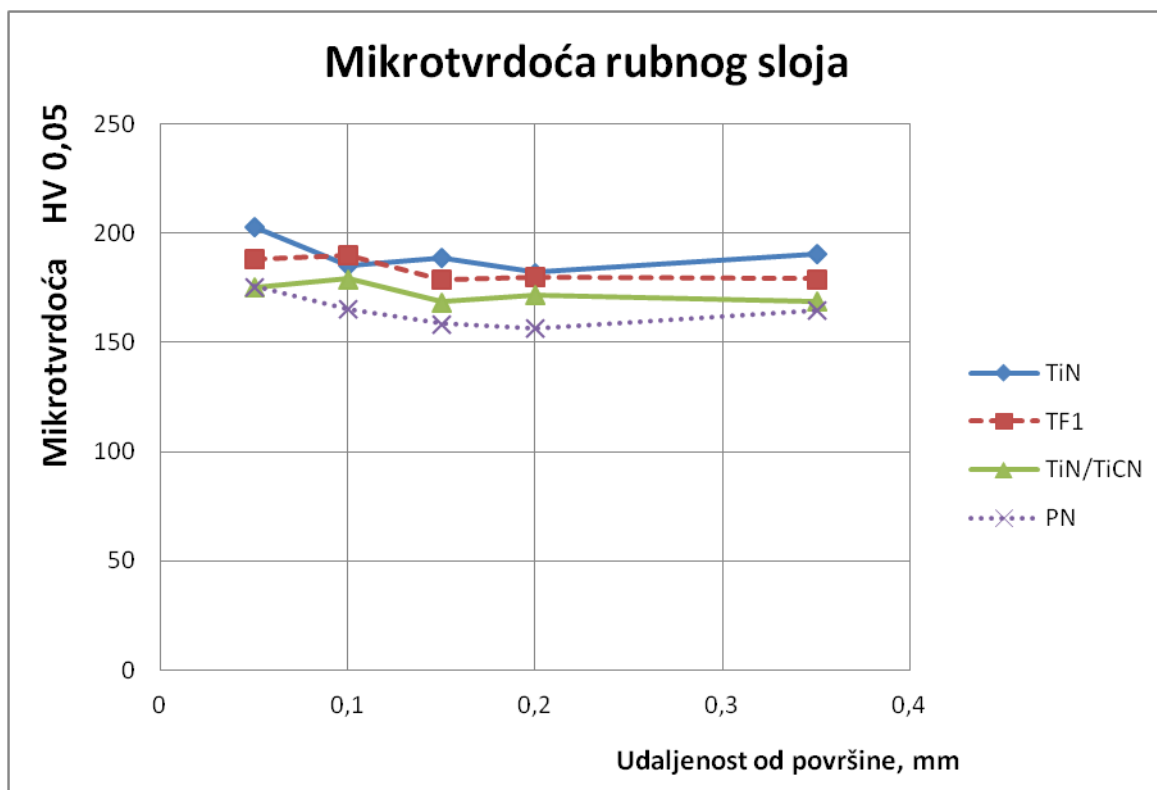
Primjenom kvantitativne analize slike i računalnog programa Wilson Wolpert Tukon 2000B izmjerena je dijagonala otiska (slika 30). Na temelju duljina dijagonala i primijenjene sile određen je iznos mikrotvrdoće (slika 31). Raspored mikrotvrdoće po rubnom sloju svih ispitanih uzoraka prikazan je na slici 32. Iz nje se vidi da je postignuta vrlo plitka difuzijska zona u slučajevima nitrokarburiranja postupkom Tenifer i nitriranja u plazmi, manja od 0,05 mm. U postupku prevlačenja prevlakom TiN također je registrirano povišenje tvrdoće uz sam rub površinskog sloja, nastao kao posljedica kratkotrajne difuzije dušika u površinu tijekom faze čišćenja uzoraka u plazmi prije nanošenja prevlake TiN.



Slika 30. Mjerenje dijagonale otiska



Slika 31. Izračunata tvrdoća na temelju dijagonale otiska



Slika 32. Mikrotvrdoća uzoraka

Iz rezultata je vidljivo da između ruba i jezgre obratka ne postoji značajna razlika u tvrdoći osim eventualno kod TiN uzorka. Treba uzeti u obzir da se radi o obradcima čija je debljina 0,7mm, te koji se modificiraju na svim površinama (sa obje strane) zbog čega je za očekivati da dušik difundira gotovo po cijelom presijeku. Također treba napomenuti da su obratci oblikovani deformacijom što ima za posljedicu rast tvrdoće ovisno o stupnju deformacije pojedinog dijela.



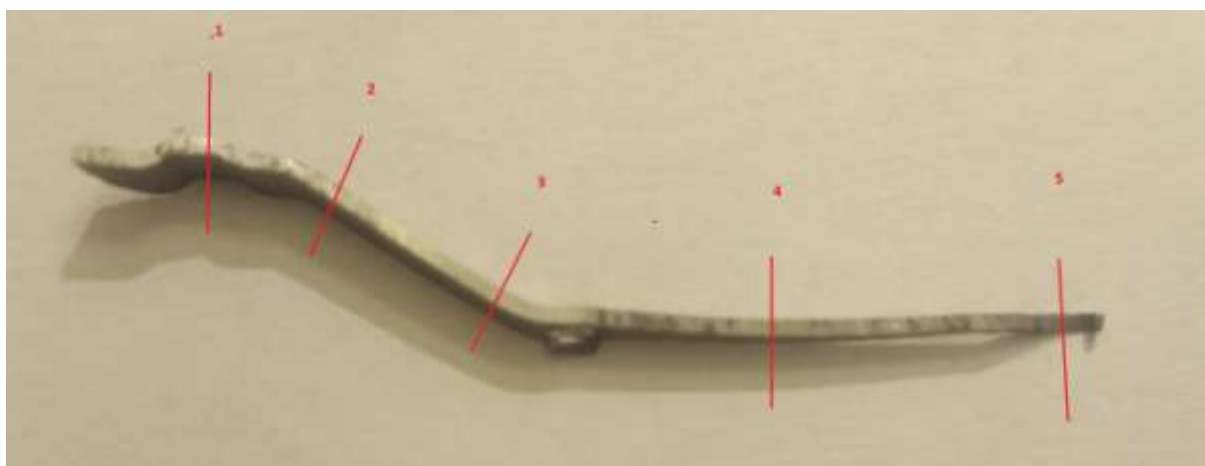
#### 5.4. Mikro struktura rubnog sloja i debljina prevlaka

Materijal od kojeg je izrađen alat je konstrukcijski čelik u čijem sastavu prevladava ferit. Mikrostrukturu rubnog sloja smo promatrali uz pomoć digitalnog svjetlosnog mikroskopa marke *Olimpus*, model *GX51* (slika 33) s povećanjima 200, 500, 1000.



**Slika 33.** Svjetlosni mikroskop GX51

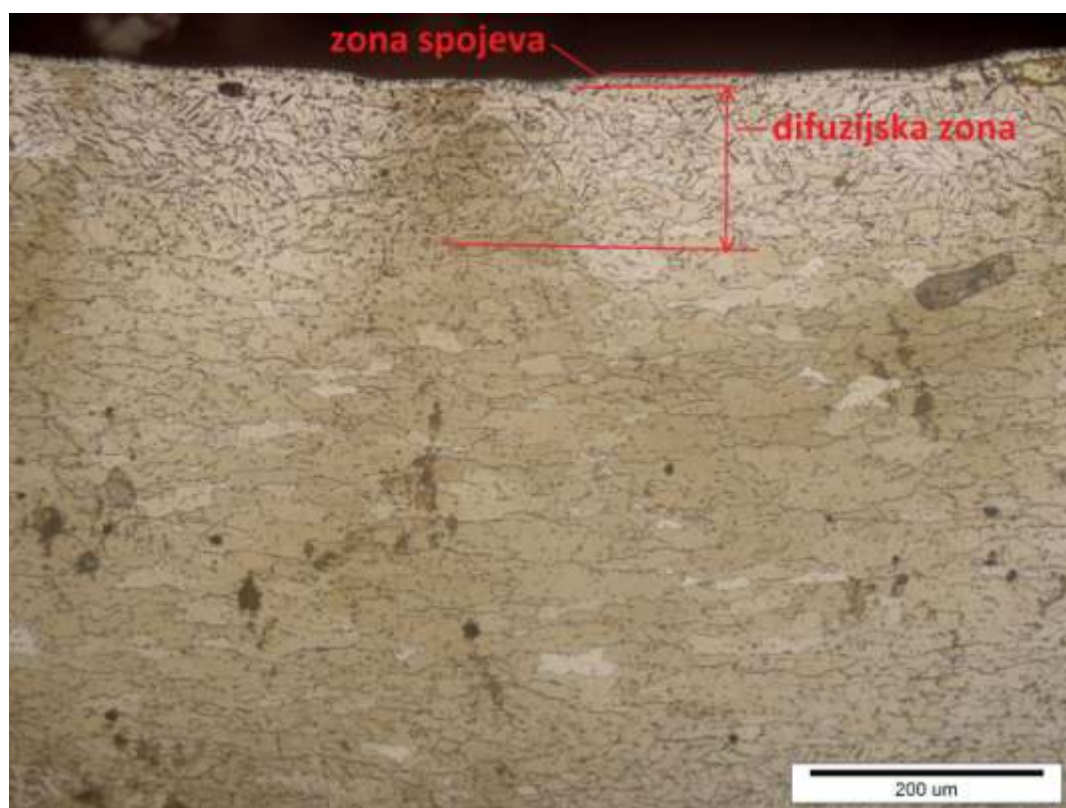
Svaki od uzoraka mikrostrukturno je analiziran na 5 različitih pozicija (slika 34) kako bi se usporedila veličina zrna i struktura rubnog sloja, odnosno prevlake.



**Slika 34.** Pozicije na kojima je promatrana mikrostruktura

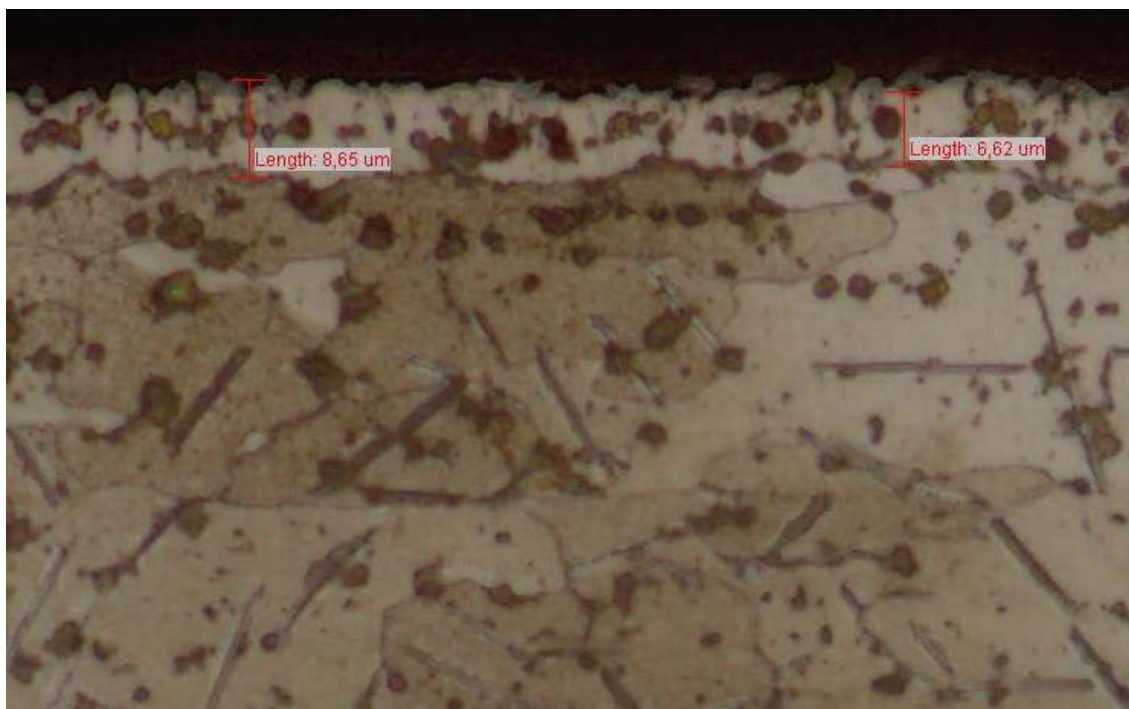
#### 5.4.1. Debljina dobivenog nitriranog sloja

Debljina nitriranog sloja se sastoji od zone spojeva i difuzijske zone. Iz slike 35 je vidljivo da na uzorku 1 modificiranom postupkom Tenifer nastala difuzijska zona s izlučenim iglicama željeznog nitrida. Prema analizi slike dubina difuzijske zone iznosi približno  $150\mu\text{m}$ , dok se na slici 36 vidi da se debljina zone spojeva kreće od  $6\mu\text{m}$  do  $8\mu\text{m}$ . Također su na slici 35 jasno vidljive granice zrna i promjena oblika zrna koja su na rubu manja nego u jezgri i zaobljenih oblika, dok su bliže jezgri veća izduženija. Iz toga možemo zaključiti da je u blizini ruba došlo do rekristalizacije.



**Slika 35.** Uzorak 1 obrađen u solnoj kupki pozicija 4, povećanje 200x





**Slika 36.** Uzorak obrađen u solnoj kupki pozicija 4, povećanje 500x, zona spojeva

Kod uzorka broj 2 zona difuzije zahvaća cijeli presjek uzorka što se može vidjeti iz slike 37, dok se zona spojeva kreće do 15  $\mu\text{m}$  (slika 38).



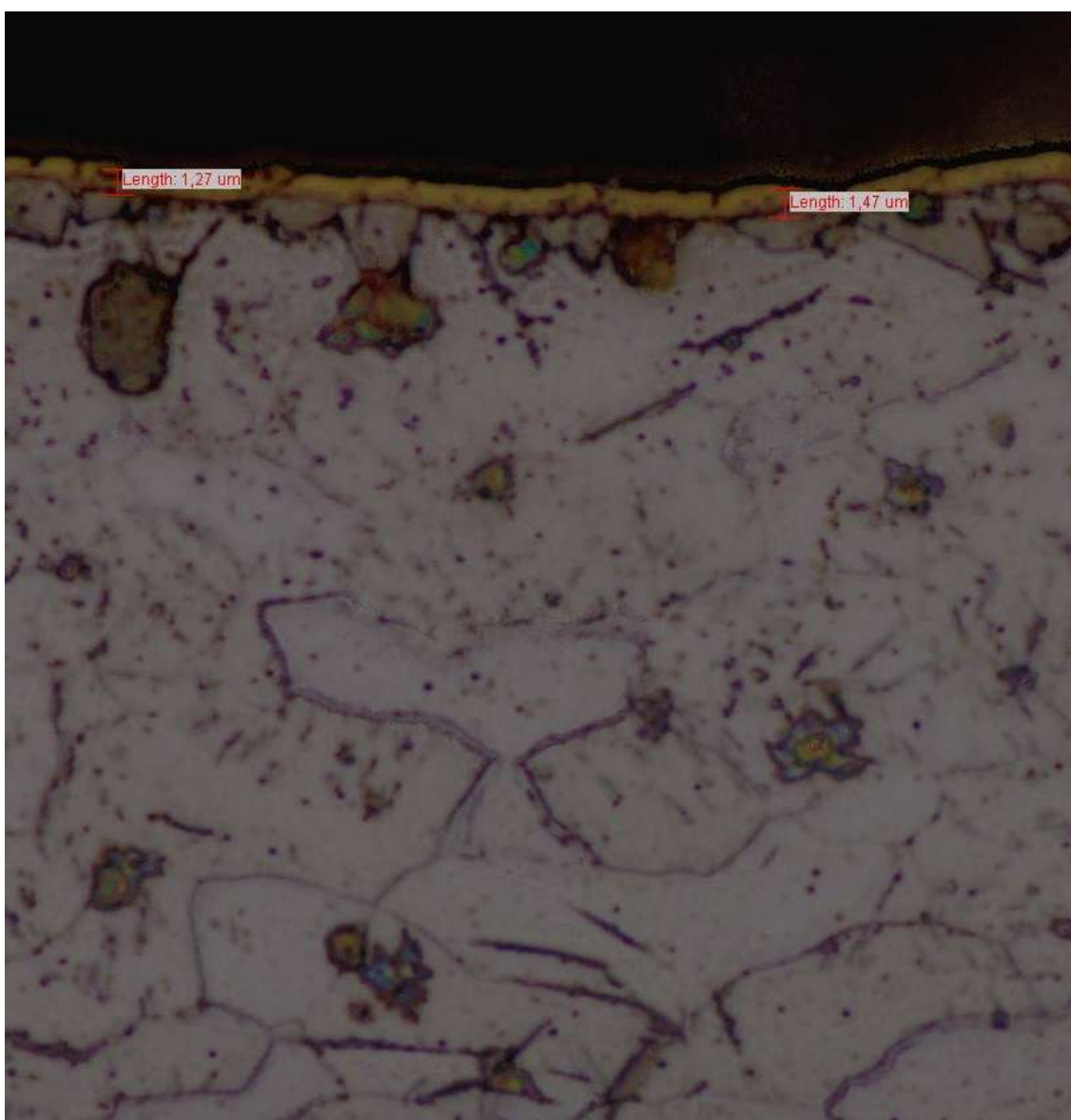
**Slika 37.** Uzorak 2 obrađen u plazmatskim nitriranjem pozicija 5, povećanje 200x



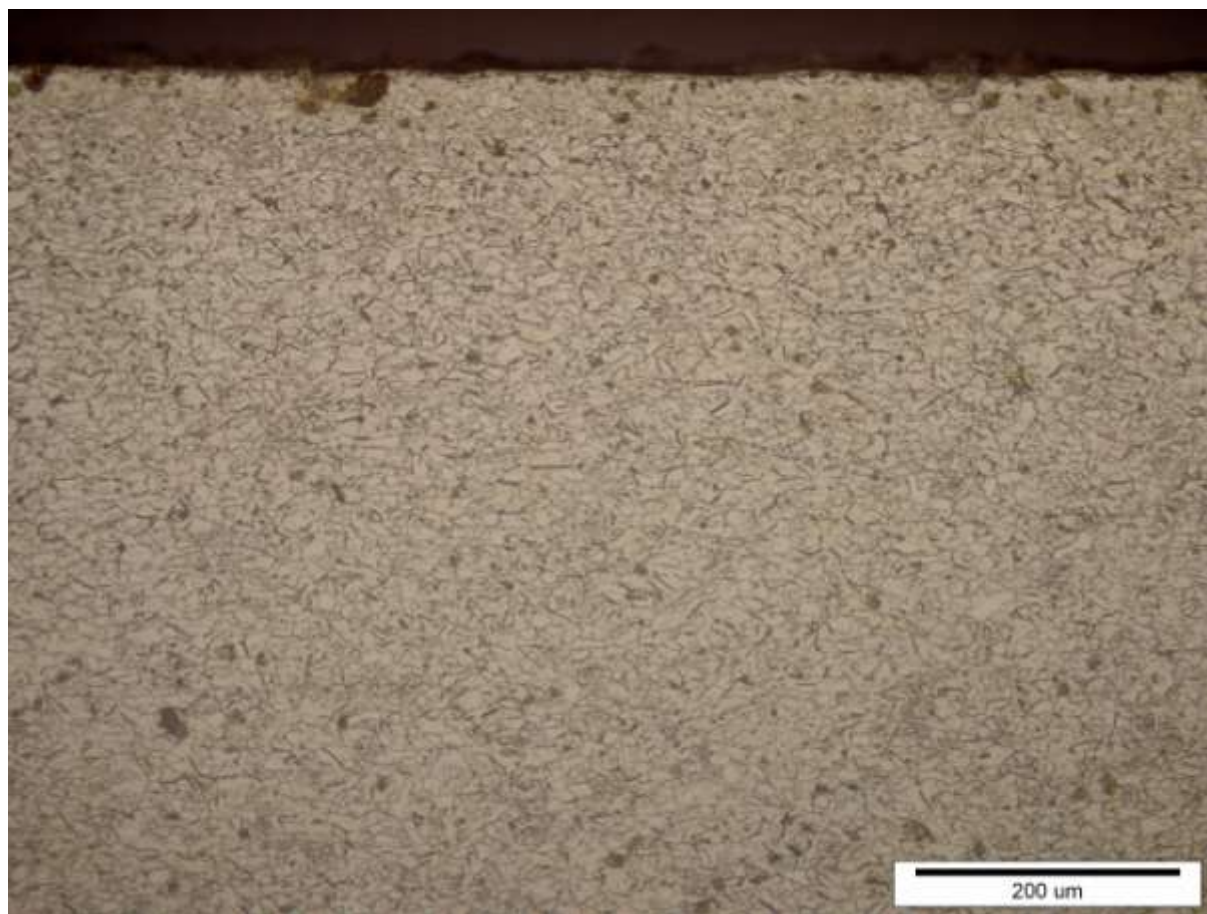
**Slika 38.** Zona spojeva, uzorak 2 pozicija 5, povećanje 500x

#### 5.4.2. Debljina PACVD prevlaka

Na uzorku 3 uz to se uočava da je dušik difundirao po cijelom presjeku, može se vidjeti da su zrna puno sitnija nego na uzorcima 1 i 2 i to po cijelom presijeku (slika 40). Također se vidi i TiN prevlaka čija debljina iznosi približno  $1,5\mu\text{m}$  (slika 39). Zona spojeva nije prisutna.



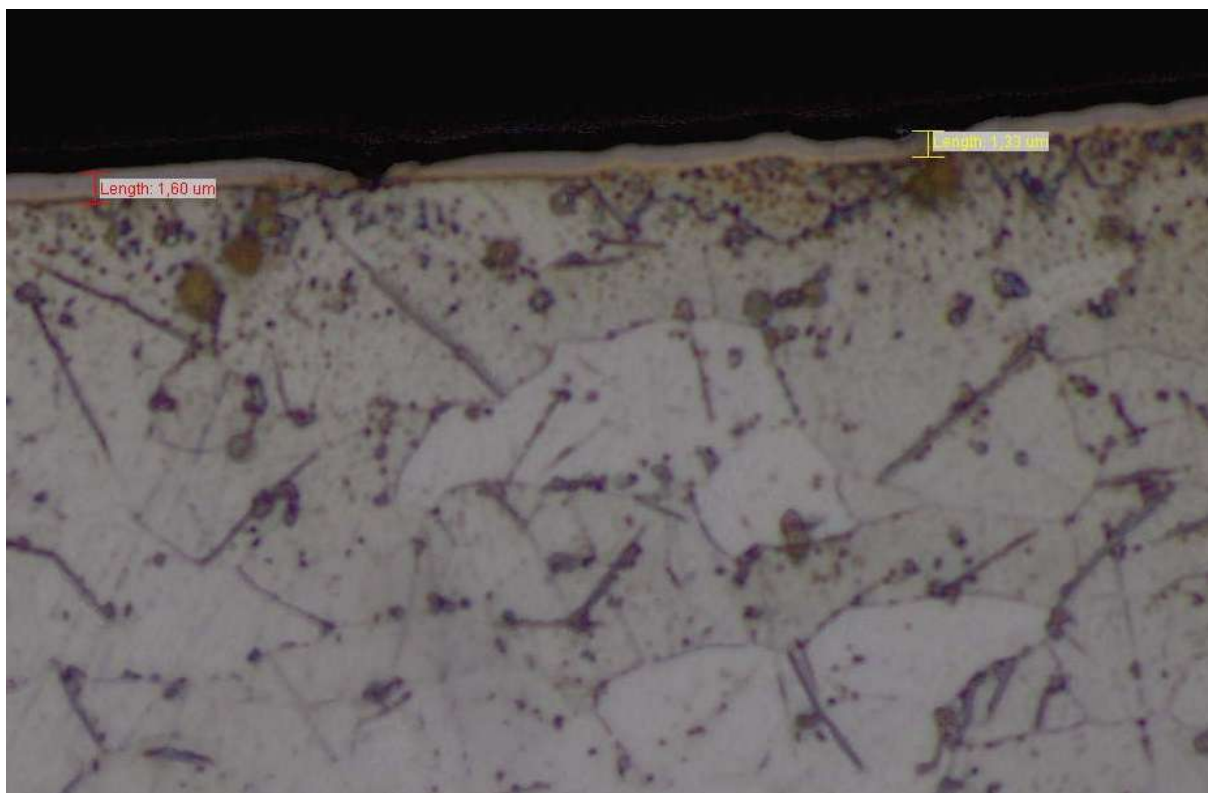
**Slika 39.** Debljina prevlake uzorak 3, pozicija 5, povećanje 1000x



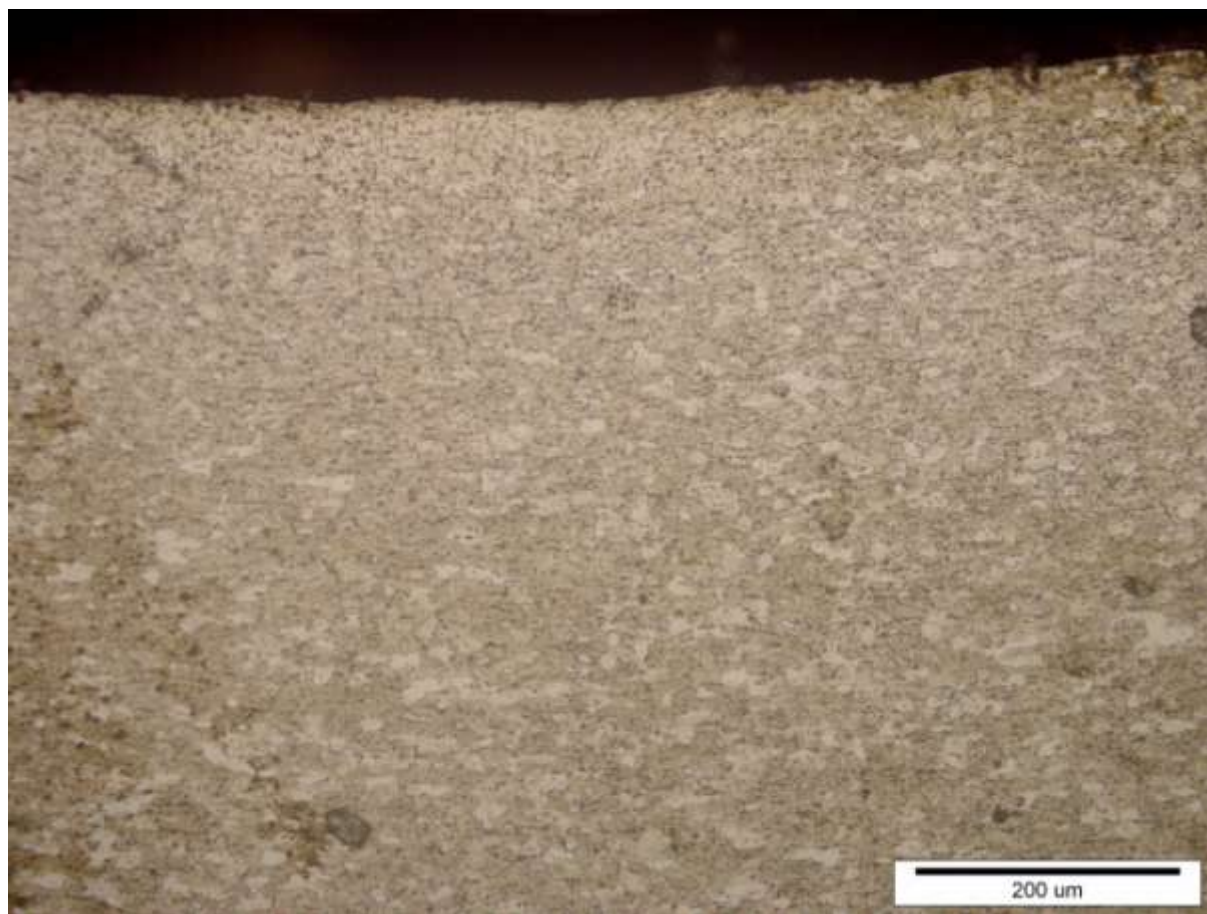
**Slika 40.** Uzorak 3, pozicija 5, povećanje 200x



Uzorak 4 ima strukturu (slika 42) sličnu uzorku 3. Ukupna debljina prevlake je približno  $1,5\mu\text{m}$  od čega je približno  $0,2\mu\text{m}$  debljina TiN prevlake dok je ostalih  $1,3\mu\text{m}$  TiCN (slika 41). Vidljive su pukotine u prevlaci.



**Slika 41.** Debljina prevlake na uzorku 4, pozicija 4 povećanje 1000x



**Slika 42.** Uzorak 4, pozicija 4, povećanje 200x

## 5.5. Diskusija rezultata

Analizom rezultata dobivenih eksperimentima možemo usporediti svojstva pojedinih uzoraka te ih vrednovati. Prilikom ispitivanja korozijske otpornosti pomoću slane komore uočeno je da su pojedini uzorci imali 60% manji gubitak mase. Tako je uzorak 2 modificiran nitriranjem u plazmi imao gubitak od 0,57% početne mase, dok je primjerice uzorak 3, također modificiran nitriranjem u plazmi, ali presvučen TiN imao gubitak od 0,21%. Za razliku od uzorka 2, uzorak 1 koji je modificiran u slanoj kupki te nije presvučen je pokazao gotovo dvostruko bolji rezultat. Uzorak 4 koji je nitriran u plazmi te prevučen dvjema prevlakama (TiN i TiCN) je izgubio na masi više od uzorka 1.

Tvrdoća uzoraka je približno ista, i to po cijelom presjeku, te nemamo izraženu granicu nitriranja. Efektivna dubina nitriranja se ne može odrediti s obzirom da ni na jednom uzorku nije uočena razlika od 50HV između ruba i jezgre, iznosila je od 10 do 15HV. Razlog slične tvrdoće rubnog sloja i jezgre leži u dimenzijama uzoraka i vremenu provođenja modifikacije površine, kao i u vrsti čelika od kojeg je alat izrađen. S obzirom da se radi o konstrukcijskom čeliku feritne strukture sa malim sadržajem ugljika i legirajućih elemenata difuzija dušika je olakšana, te se dogodila po cijelom presjeku. Najveća tvrdoća je izmjerena na uzorku 3, dok je sljedeći po tvrdoći uzorak 1. Razlog zašto je uzorak 1 postigao vrijednosti tvrdoće veće od uzoraka 2 i 4 može biti i to što se u njegovom slučaju radilo o modifikaciji nitrokarburiranjem, te je za pretpostaviti da je postigao veću tvrdoću zahvaljujući i difuziji ugljika. Uzorak 1 također ima bitno različitu mikrostrukturu u usporedbi s preostala tri uzorka čemu je razlog različita tehnologija i trajanje obrade. Kod svih uzoraka je došlo do rekristalizacije, te nisu uočljiva izdužena zrna. Uz to definitivno je došlo do redukcije zaostalih naprezanja s obzirom da se temperatura žarenja kreće između 550°C i 680°C za čelike i da je trajanje držanja 2,5 minuta po milimetru debljine. Veličina zrna uzoraka koji su nitrirani u plinu je drastično manja od zrna uzorka iz solne kupke.

Najbolja ukupna svojstva ima uzorak 3 presvučen TiN, dok je sljedeći uzorak 1. Uzorak 4 s dvije prevlake nije pokazao svojstva koja bi opravdala takvu obradu te je najlošiji izbor kad uzmemo u obzir uložene resurse.

## 6. ZAKLJUČAK

Alati za ručnu obradu drveta trebaju ostvariti dobru žilavost, otpornost na trošenje i što dulji vijek trajanja. U analiziranom slučaju alata za ručno brušenje drveta metalna roto-rašpa zamjenjuje relativno jeftine brusne papire i nakon istrošenja se više ne može oštriti. Navedeni zahtjevi ostavruju se primjenom oblikovanja deformacijom hladno valjanih limova od jeftinog nelegiranog čelika te potom primjenom postupaka nitriranja površine.

U radu su uz patentom zaštićen postupak nitrokarburiranja u solnoj kupki ispitane mogućnosti primjene nitriranja u plazmi ioniziranih plinova te prevlačenja postupkom PACVD s prevlakama TiN i TiCN.

Provedena ispitivanja pokazala su malu dubinu difuzijske zone, manju od 0,05 mm, uz pojavu izlučivanja iglica željznog nitrida. Nitriranjem u solnoj kupki Tenifer na čitavoj površini uzoraka je nastala zona spojeva, debljine do 7  $\mu\text{m}$ , dok je kod nitriranja u plazmi zona spojeva debljine do 10  $\mu\text{m}$ . Debljina PACVD prevlaka TiN i TiCN iznosi manje od 2  $\mu\text{m}$ .

Na temelju rezultata ispitivanja otpornosti na koroziju u slanoj magli, najbolja otpornost je postignuta kod ispitnih uzoraka nitrokarburiranih u solnoj kupki Tenifer te kod uzorka prevučenih prevlakom PACVD TiN.

U daljnjim ispitivanjima preporučuje se provesti optimiranje postupka nitriranja u plazmi u smislu skraćanja trajanja postupka i sniženja temperature nitriranja te optimiranje postupka prevlačenja prevlakom PACVD TiN.

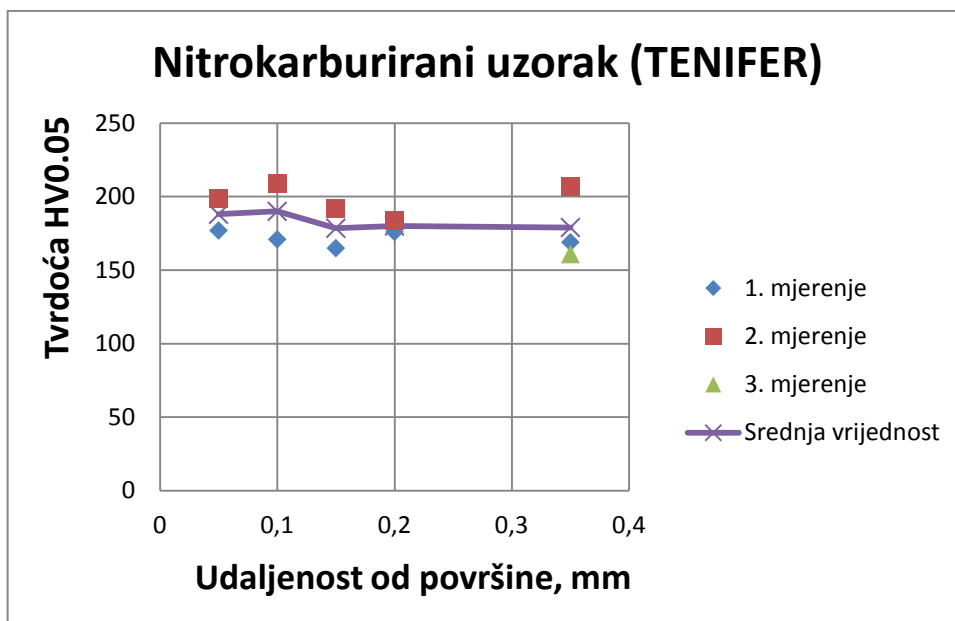


## LITERATURA

- [1] Radmanović, K.: Utjecaj mehaničkih svojstava drva na snagu potrebnu za odvajanje čestice pri ortogonalnom rezanju, Zagreb 2015.
- [2] M. Gojić, Površinska obradba materijala. Sisak: Metalurški fakultet Sveučilišta u Zagrebu, 2010.
- [3] Dragomir Krumes, Toplinska obradba, Strojarski fakultet u Slavonskom Brodu, Slavonski Brod, 2000.
- [4] Kovačić Saša, Utjecaj nitiranja i prevlačenja na svojstva alatnih čelika za topli rad, doktorski rad, Zagreb, 2015.
- [5] J. Bosslet, M. Mreutz: TUFFTRIDE® –/ QPQ® – process, Technical information, Durferfrit GmbH, Mannheim, 2000.
- [6] <http://www.roto-kruna.hr/roto-raspa/>
- [7] E. Mittemeijer, M. Somers, Thermochemical surface engineering of steels. Woodhead Publishing, Sawston, Cambridge, UK., 2014.

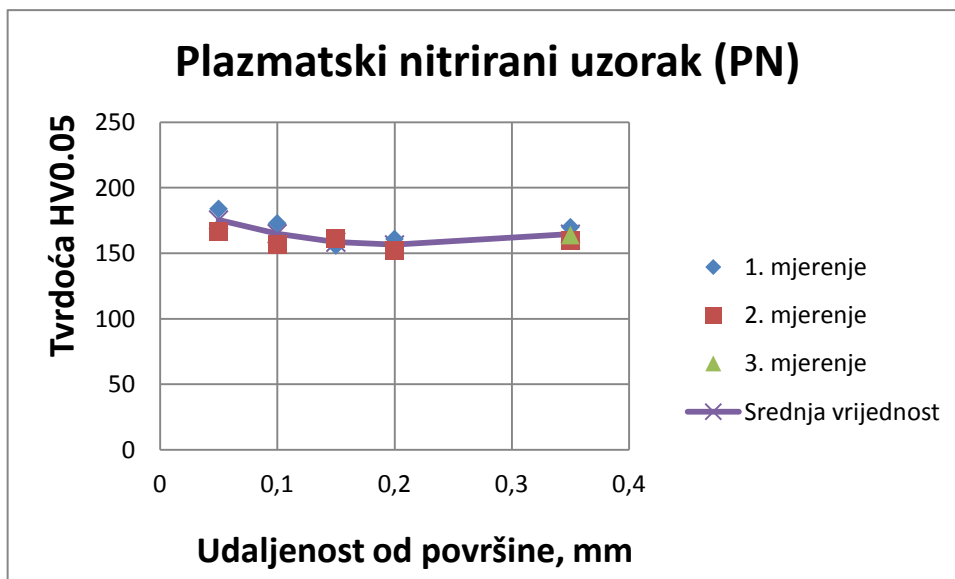
## PRILOZI

### I. Prilog izmjerene tvrdoće nitrokarburiranog uzorka



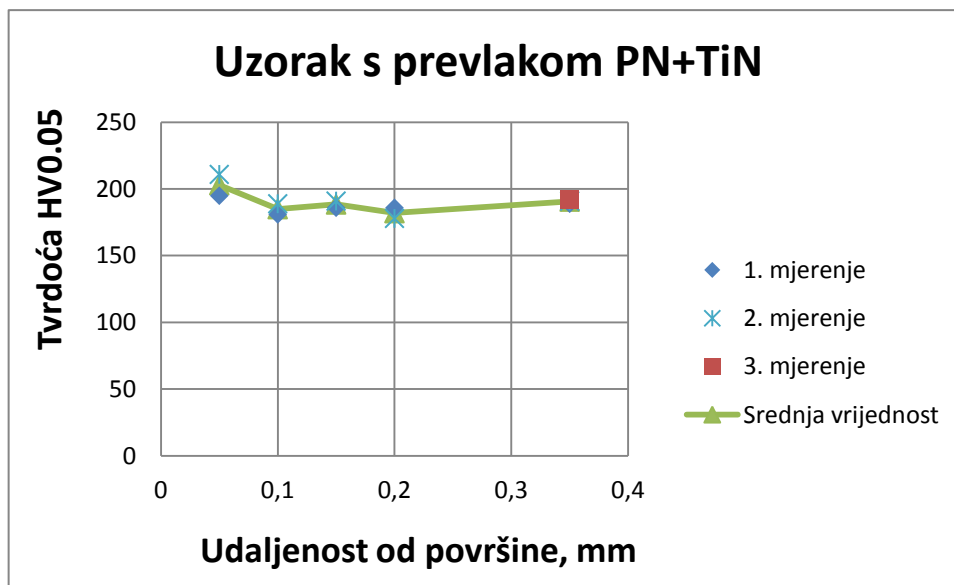
TF1 HV0.05				
μm	1	2	3	Srednja vrijednost
0,05	177	199		188
0,1	171	209		190
0,15	165	192		178,5
0,2	176	184		180
0,35	169	207	161	179

## II. Prilog izmjerene tvrdoće uzorka nitriranog u plazmi



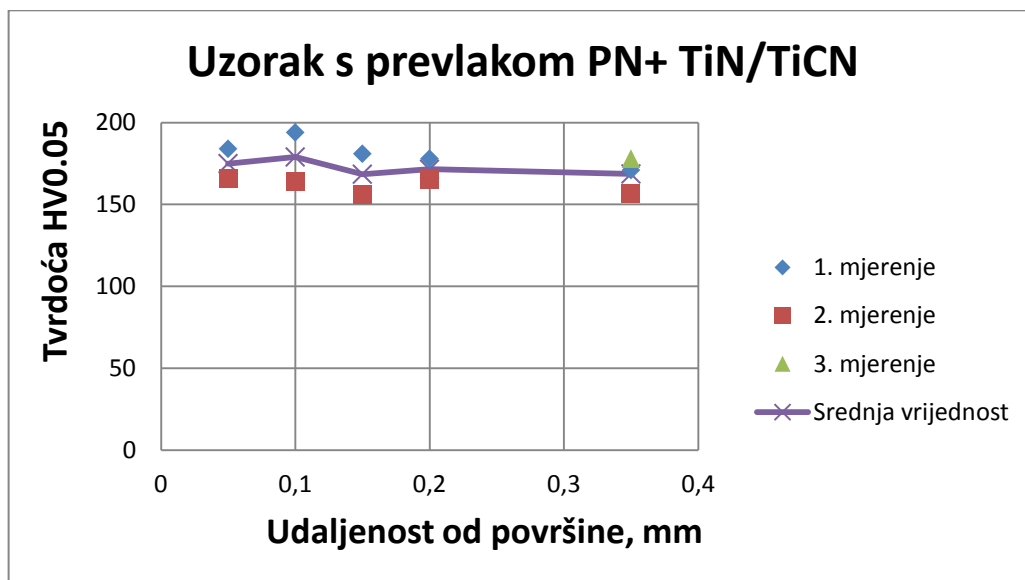
PN HV0.05				
μm	1	2	3	Srednja vrijednost
0,05	184	167		175,5
0,1	173	157		165
0,15	156	161		158,5
0,2	161	152		156,5
0,35	170	160	164	164,6667

## III. Prilog izmjerene tvrdoće uzorka s prevlakom PN+TiN



TiN HV0.05				
μm	1	2	3	Srednja vrijednost
0,05	195	211		203
0,1	181	189		185
0,15	186	191		188,5
0,2	186	178		182
0,35	189	191	192	190,6667

## IV. Prilog izmjerene tvrdoće uzorka s prevlakom PN+TiN/TiCN



TiN/TiCN HV0.05				
μm	1	2	3	Srednja vrijednost
0,05	184	166		175
0,1	194	164		179
0,15	181	156		168,5
0,2	178	165		171,5
0,35	171	157	178	168,6667